



Université
de Toulouse

THÈSE

En vue de l'obtention du

DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE

Délivré par :

Université Toulouse 3 Paul Sabatier (UT3 Paul Sabatier)

Science et Génie des Matériaux

Présentée et soutenue par :

Ugras KUS

le mercredi 25 janvier 2017

Titre :

ETUDE DE LA CONTRIBUTION DE LA TECHNIQUE SPARK PLASMA SINTERING A
L'OPTIMISATION DES PROPRIETES MECANQUES DE L'ALLIAGE DE TITANE TA6V

Ecole doctorale :

ED 467 Aéronautique-Astronautique

Unité de recherche :

CIRIMAT – UMR UPS-INPT-CNRS 5085

Directeurs de Thèse :

Claude ESTOURNES, Directeur de recherche, Université Toulouse 3 Paul Sabatier

Julitte HUEZ, Maître de conférences, INP Toulouse

Rapporteurs :

Guy DIRRAS, Professeur, Université Paris 13

Xavier FEAUGAS, Professeur, Université de La Rochelle

Autres membres du jury :

Florence PETTINARI-STURMEL, Professeur, Université Toulouse 3 Paul Sabatier

Yannick CHAMPION, Directeur de recherche, INP Grenoble

Hubert SCHAFF, Directeur Partenariats & Innovation, Aubert & Duval

Denis DELAGNES, Maître-assistant, Mines Albi

Un vrai maître est un éternel étudiant.

Maitre Yi

*Celui qui excelle à résoudre les difficultés le fait avant qu'elles ne
surviennent.*

Sun Tzu

REMERCIEMENTS

Ce travail de thèse a été réalisé au sein du Centre Inter-universitaire de Recherche et d'Ingénierie des MATériaux. Je remercie donc en premier lieu les directeurs, Monsieur Christophe LAURENT et Madame Dominique POQUILLON, pour m'avoir accueilli.

Je remercie Madame Florence PETTINARI-STURMEL d'avoir présidé mon jury de thèse mais également Monsieur Guy DIRRAS et Monsieur Xavier FEAUGAS pour avoir accepté d'être rapporteurs de ce travail. Je remercie Yannick Champion et Hubert Schaff de l'intérêt qu'ils ont porté à ces travaux et d'avoir participé au jury.

Comment ne pas remercier mes directeurs et encadrant de thèse. Merci Julitte d'avoir fait naître ce sujet. Merci Denis de m'avoir constamment abreuvé de questions pertinentes qui m'ont poussé à la réflexion et à la remise en question de mes travaux. Merci Claude de m'avoir montré la voie pour me dépasser, combler mes lacunes, attiser ma curiosité et plus important encore, pour les discussions plus personnelles qui m'ont enrichi humainement.

Je te remercie aussi Geoffroy, pour des raisons plus techniques et terre à terre mais qui sont importantes. Merci de m'avoir épaulé durant ces 3 années de thèse, durant mon poste d'ingénieur avec Christophe et durant mon stage de M1, pour l'élaboration des échantillons, pour les formations sur les différents appareils et surtout, la chose la plus importante, pour les bonnes tranches de rire ! CEUUUUUUUU !!!!!

Alexandre et Ronan, de votre fait, de nombreuses manips et caractérisations ont été rendues possibles, je vous remercie sincèrement pour toute votre ingéniosité mais aussi pour les moments où vous n'hésitez pas à chambouler votre programme pour moi ! Surtout, je vous remercie pour la bonne humeur que l'on a partagée durant ces 3 années.

Romain et Jon, je vous remercie sincèrement pour toute la sérénité que vous me faisiez retrouver dans les moments d'égarement et de questionnement plus ou moins philosophique.

Je remercie Charles et David, qui m'ont formé à la modélisation, qui m'ont rappelé les rudiments de la mécanique et qui m'ont surtout donné goût à la simulation ! Je vous souhaite une excellente continuation, je ne me fais aucun doute sur vos réussites personnelles.

Merci au 2-A1-11 pour les deux premières années de la thèse. Merci Aurélien pour ton soutien à ta manière, merci Caminde pour l'aide à la réflexion que tu m'as apporté et ta joie de vivre immense, merci Mahhthhieu (je sais pas où sont les "h" et les "t" ni combien il faut en mettre, tu feras avec) pour ta gai(y?)eté, merci André pour ton caractère extra-ordinaire et enfin, la pièce rapportée, le squatteur de bureau, le cuisinier du mercredi, merci Michau pour cette énergie vitale débordante et pour tes remarques scientifiques très pertinentes !

Merci au GGG bien sûr ! Votre amitié depuis toujours a été un pilier solide auquel j'ai pu me raccrocher durant toutes ces années ! Merci de m'avoir fait garder les pieds sur terre à tout instant, merci pour cette adolescence magnifique (merci à Nino !), merci pour nos premiers instants de vie d'adulte, merci de m'avoir constamment encouragé à votre manière pour les études.

Merci aux "collègues du TS" ☺, pour leur patience avec moi durant les moments difficiles, pour leur soutien et surtout leur merveilleuse bonne humeur indéfectible.

Jess, je te remercie profondément pour des aspects techniques bien entendu mais surtout pour les changements profonds que tu m'as apportés personnellement.

Xav et Moche, je vous remercie tous les 2 pour toutes les évolutions personnelles depuis notre rencontre, ces 10 années ont changé ma façon d'aborder le monde et vous y êtes pour beaucoup. Vous êtes les premiers artisans de ma remise en question constante, je vous serai infiniment reconnaissant d'avoir fait croître ce trait de caractère qui m'a été très utile dans mes travaux.

Yannick, on a commencé notre collaboration fortuite voici 7 ans (voire 10 avec Gérone...), tu as toujours été là pour me remotiver quand ça n'allait pas, me remettre les pieds sur terre quand je planais, avoir été un canal de discussion indirect pendant cette thèse... Sans toi, nul doute que je me serais perdu dans ma tête ! Merci beaucoup mon ami (tout ça n'empêche cependant pas que tu es un tromblon, signifions-le tout de même).

Merci à ma famille ! Merci de toujours être compréhensif avec moi, merci d'être aussi solide et de bonne humeur, d'avoir toujours été derrière moi et de m'avoir rappelé à l'ordre quand j'en avais besoin. Vous avez été et êtes toujours un pilier indispensable pour moi.

Je tiens à remercier solennellement feu Armand COUJOU pour avoir permis à cette thèse d'aboutir. Votre expérience de l'Homme a retiré les barrières et m'a redonné confiance en moi.

Enfin, je ne te remercierai jamais suffisamment Claire, pour tout ce que tu m'as apporté durant cette thèse. Tu m'as supporté, redonné confiance, accompagné et montré la voie. Tu n'as jamais cessé de croire en moi, tu as été ma force motrice décisive pour aboutir ce travail. Vive notre sinusoïde !

Sommaire général

Introduction générale	13
Chapitre 1. Revue bibliographique	21
1. Le titane pur	25
1.1. Aspect cristallin	25
1.2. Propriétés	26
2. Les alliages de titane	26
2.1. Eléments d'alliage	27
2.2. Les différents types d'alliage de titane suivant les phases stables à température ambiante	32
2.3. TA6V (ou Ti-6Al-4V)	33
3. Le Frittage	55
3.1. Définition	55
3.2. Le frittage naturel	55
3.3. Le frittage sous charge	56
3.4. Le frittage assisté par courant électrique	57
3.5. Le frittage SPS	57
4. Conclusions	68
Chapitre 2. Matériau et techniques expérimentales	71
1. Matériau de l'étude	75
1.1. Méthode de production	75
1.2. Caractérisation	75
2. Elaboration des échantillons de l'étude	78
2.1. Appareil et paramètres de frittage	78
2.2. Outillages utilisés	79
2.3. Protocoles de préparation au frittage	83
3. Techniques de caractérisation	84
3.1. Détermination de T_β	84
3.2. Mesure de densité	84
3.3. Préparation des différents types de pièces	85
3.4. Métallographie	86
3.5. Microscopie électronique à balayage	86
3.6. Caractérisation de textures locales par diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD)	87
3.7. Analyse de phases cristallographiques	87
3.8. Mesures de contraintes résiduelles	89
3.9. Microtomographie	94
3.10. Essais de traction	95
3.11. Calculs d'incertitudes	96
Chapitre 3. Etude du stade initial du frittage SPS de TA6V.	99
1. Introduction	103

2.	Mise en place des essais de frittage SPS	104
2.1.	Colonne et pastilleuse spécifiques	104
2.2.	Tamissage de la poudre	104
2.3.	Cycles de frittage SPS	105
2.4.	Densité apparente après pré-compaction	106
2.5.	Déplacement après pré-compaction	108
2.6.	Intégrité des granules après la pré-compaction	109
3.	Influence de l'état de compaction du corps granulaire	110
3.1.	Cycles de frittage	110
3.2.	Observation par MEB des zones de cous en coupe après frittage SPS	114
3.3.	Observation des surfaces des cous sur des faciès de rupture	117
3.4.	Aire des surfaces de cous et connectivité des granules	122
4.	Isolation électrique du corps granulaire	126
4.1.	Cycle de frittage	126
4.2.	Nature des cous	129
4.3.	Faciès de rupture	130
5.	Conclusions	132
Chapitre 4.	Modélisation du frittage SPS du TA6V	135
1.	Introduction	139
2.	Présentation du modèle : lois physiques	140
2.1.	Description du modèle de Norton-Green	140
2.2.	Loi de fluage en compression sur matériau dense	142
2.3.	Loi de fluage en compression sur matériau poreux	142
2.4.	Compaction de poudre en pastilleuse SPS	143
2.5.	Identification de c et de f	143
3.	Description de l'instrumentation et des essais de fluage et de compaction	144
4.	Caractérisation des échantillons avant essais de fluage	147
4.1.	Pion dense de TA6V	147
4.2.	Pion poreux de TA6V	148
5.	Détermination des paramètres du modèle	148
5.1.	Essais de fluage sur TA6V dense	148
5.2.	Essais de fluage sur TA6V poreux et compaction de poudre	150
6.	Validation du modèle	152
6.1.	Essais de comparaison	152
6.2.	Discussion	152
7.	Effet de la microstructure sur les essais de fluage et le modèle	153
7.1.	Essais de fluage sur pions denses élaborés par SPS	154
7.2.	Essais de densification sur poudre recuite	157
7.3.	Discussion	161
8.	Conclusions	161

Chapitre 5. Relation frittage SPS – Microstructure – Propriétés mécaniques en traction 165

1. Introduction	169
2. Mise en œuvre des échantillons denses modèles	169
2.1. Paramètres de frittage	170
2.2. Cycles de frittage des différentes conditions et microstructures associées	172
2.3. Composition chimique après frittage	202
2.4. Diffraction des rayons X	203
2.5. Analyse de texture cristallographique	203
2.6. Conclusions intermédiaires	205
3. Transfert d'échelle, propriétés mécaniques et répétabilité	206
3.1. Pièces de forme simple : pavés arrondis	206
3.2. Pièces de forme plus complexe et près des cotes (PDC)	224
3.3. Comparaison des éprouvettes usinées et près des cotes	242
3.4. Comparaison des propriétés de traction des pièces obtenues par SPS aux pièces obtenues par d'autres techniques de mise en forme	244
4. Conclusions	249
Conclusions générales et perspectives	253

Introduction générale

Le titane constitue environ 0,5% à 0,6% de l'écorce terrestre et est le 4^e métal le plus abondant (après l'aluminium, le fer et le magnésium). Il a été découvert sous sa forme oxydée de structure rutil en 1790 par le chimiste allemand Klaproth et le chimiste anglais Gregor¹ et n'a été produit sous sa forme métallique à 99% pur qu'en 1910 par le chimiste américain Hunter². Ce n'est qu'en 1932 que le métallurgiste luxembourgeois Wilhelm Justin Kroll a permis la production industrielle de ce nouveau métal, ce qui explique ses premières utilisations industrielles tardives (1950). Les alliages de titane présentent une combinaison unique de propriétés avec des résistances mécaniques comparables aux aciers pour seulement 60% de leur densité, leur conférant une des meilleures résistances spécifiques de tous les métaux. En couplant leurs propriétés mécaniques spécifiques à un point de fusion élevée, un coefficient de dilatation thermique faible, une résistance à la corrosion excellente et une biocompatibilité, les alliages de titane sont des matériaux offrant de grandes possibilités d'applications avec des performances élevées. Cependant, la grande affinité du titane avec l'oxygène rend son extraction à partir du minerai (déjà très énergivore) et les procédés de mise en forme difficiles, ce qui lui confère des coûts de production relativement importants. Cela limite ses applications actuelles à des domaines de grande valeur ajoutée. En aéronautique, les alliages de titane sont utilisés pour leur légèreté et leur tenue à chaud en service (jusqu'à 450°C), dans le biomédical pour leur résistance aux fluides corporels et à leur module d'élasticité proches de celui de l'os, en environnement marin et en industrie chimique pour leur bonne tenue en corrosion, dans les équipements de différents sports pour leur légèreté et leur attrait luxueux, et dans les industries de production et de stockage d'énergie³. Diminuer les coûts de revient des alliages de titane est donc un enjeu considérable pour les rendre compétitifs dans des domaines d'applications plus diversifiés comme l'automobile par exemple. Travailler sur des coûts d'extraction réduits à partir du minerai peut être une voie intéressante à explorer, puisque ces derniers représentent une part non négligeable du coût total (voir Figure 1), mais cela n'est pas le but des travaux de cette thèse. En effet, une autre part représentant près de 50% du coût total de revient d'une pièce finie, concerne les traitements thermomécaniques appliqués à partir d'un produit semi-fini, soit la mise en forme finale de la pièce. En augmentant la complexité des pièces, cette proportion du coût de revient total augmente également.

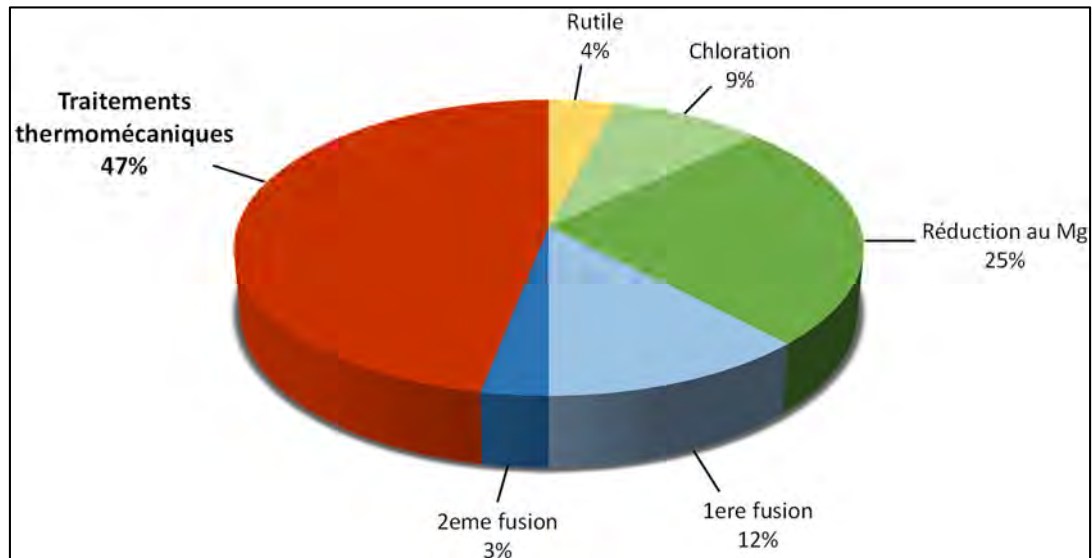


Figure 1 : Coût de fabrication relatifs pour chaque étape d'un disque de 25mm de diamètre et de 25 mm d'épaisseur par voie d'élaboration conventionnelle⁴.

La métallurgie des poudres peut s'inscrire comme une solution alternative aux procédés de mise en forme conventionnels tels le forgeage en supprimant des étapes longues, coûteuses et parfois critiques comme les étapes d'usinages. De plus, les pièces obtenues par métallurgie des poudres présentent des propriétés similaires ou supérieures aux pièces fabriquées par d'autres procédés notamment de fait de l'absence de texturation des pièces, d'une ségrégation chimique à plus courte échelle et de la possibilité d'obtenir des microstructures homogènes⁵. En offrant des possibilités de fabrication aux cotes ou près des cotes, la métallurgie des poudres permet également d'économiser sur le coût de matière puisqu'avec des outillages adaptés, seule la matière nécessaire à l'élaboration de la pièce finale est mise en jeu. Plusieurs nuances d'alliages de titane ont déjà été utilisées en métallurgie des poudres mais avec 90% des applications, le TA6V reste majoritairement impliqué⁵. Un procédé de métallurgie des poudres est le frittage. Il consiste à obtenir des pièces à partir de poudres avec chauffage sans passage par un état de fusion. Une des voies de chauffage possible consiste à utiliser un courant électrique pour chauffer directement l'outillage et/ou la poudre. Plusieurs techniques existent mais c'est sur le Spark-Plasma-Sintering (SPS) que seront portés les efforts de ces travaux de thèse. Le SPS combine les effets d'une action mécanique uniaxiale et de l'effet Joule produit par le passage d'un courant électrique continu et pulsé à travers un outillage et une poudre (si elle est conductrice). Des vitesses de chauffages extrêmement rapides peuvent ainsi être atteintes et des densifications très rapides sont fréquemment reportées dans la littérature⁶⁻¹¹. De plus, des frittages de matériaux connus pour être difficile à mettre en forme sont également possibles comme le carbure de tungstène^{7,12}. De surcroît, le SPS s'intègre parfaitement dans une logique économique. Son efficacité énergétique a

été prouvée par Musa et al.¹³ avec la mise en forme par frittage SPS d'un composite Ti-Al₂O₃-TiC à basse température et dans un temps réduit entraînant une économie d'énergie de 90 à 95% par rapport au frittage Haute Pression (HP ; utilisant un moyen de chauffage conventionnel).

Cependant, le SPS présente des défauts liés à la maîtrise des gradients de température existants au sein de l'outillage lors de la mise en forme pouvant conduire à des hétérogénéités en termes de microstructures et donc de propriétés finales des pièces fabriquées. Ces gradients sont davantage importants lorsque la pièce frittée est grande ou que sa forme est complexe, la répétabilité du procédé peut alors être remise en question. Des travaux de modélisation du frittage SPS sont donc nécessaires pour contrôler ces répartitions de températures et de cinétiques de densification afin de proposer des outillages adaptés. De plus, les phénomènes physico-chimiques mis en jeu dans le SPS sont méconnus et sont sujets à controverse dans le milieu scientifique. Il est important de les identifier pour les intégrer dans les simulations du procédé. Enfin, il existe peu de littérature concernant le frittage SPS du TA6V et les propriétés mécaniques conférées aux pièces sont méconnues.

Les objectifs de la thèse sont donc multiples :

- Identifier d'éventuels phénomènes spécifiques lors du premier stade du frittage SPS du TA6V
- Proposer un modèle de densification
- Etudier l'influence de paramètres (température, moment d'application de la pression, matériau de l'outillage) sur les microstructures obtenues pour des matériaux de géométrie simples frittés SPS
- Réaliser un transfert d'échelle sur des formes plus ou moins complexes
- Eprouver la répétabilité du procédé SPS sur différentes pièces
- Caractériser et comparer les propriétés mécaniques des différentes pièces obtenues.

Pour cela, les travaux de thèse s'organisent autour de cinq chapitres.

Le premier chapitre propose une revue bibliographique sur le titane et ses alliages, en rappelant notamment des microstructures classiquement observées et les propriétés en traction du TA6V. Le frittage en général et plus particulièrement la controverse des phénomènes mis en jeu lors du frittage SPS seront abordé dans un deuxième temps. Un état de l'art sur le frittage SPS du titane et de ses alliages est également réalisé.

Le deuxième chapitre présente le matériau de l'étude ainsi que les moyens expérimentaux mis en œuvre pour atteindre les objectifs fixés.

Le troisième chapitre traite des phénomènes spécifiques du frittage SPS du TA6V. Une partie concerne également l'effet du passage du courant électrique à travers le corps granulaire lors du frittage.

Dans le quatrième chapitre, un modèle de densification établi en collaboration avec Charles Manière est présenté. Des voies d'amélioration du modèle sont également discutées.

Dans le cinquième chapitre, un panel des microstructures qui peuvent être obtenues par le frittage SPS du TA6V est présenté. Un transfert d'échelle est réalisé et les propriétés en traction d'éprouvettes usinées dans un massif fritté par SPS sont caractérisées et mises en comparaison avec des éprouvettes également frittées par SPS mais obtenues grâce à un outillage près des cotes.

Chapitre 1. Revue bibliographique

Contenu

1. Le titane pur	25
1.1. Aspect cristallin	25
1.2. Propriétés.....	26
2. Les alliages de titane	26
2.1. Eléments d'alliage	27
2.2. Les différents types d'alliage de titane suivant les phases stables à température ambiante.....	32
2.3. TA6V (ou Ti-6Al-4V).....	33
3. Le Frittage.....	55
3.1. Définition.....	55
3.2. Le frittage naturel.....	55
3.3. Le frittage sous charge	56
3.4. Le frittage assisté par courant électrique.....	57
3.5. Le frittage SPS.....	57
4. Conclusions.....	68

1. Le titane pur

1.1. Aspect cristallin

Le titane pur présente une transformation allotropique à 882°C (appelée transus β , notée T_β). Au-dessus de cette température, dans le domaine β , la maille cristallographique est cubique centrée. En-dessous de cette température, dans le domaine α , la maille cristallographique est hexagonale compacte (voir Figure 2). Cette transformation présente les spécificités d'une transformation martensitique selon le mécanisme proposé par Burgers¹⁴. La transformation s'effectue par un mouvement de quelques atomes et un réarrangement de ceux-ci selon les orientations suivantes : $\langle 111 \rangle_\beta // \langle 11\bar{2}0 \rangle_\alpha$ et $(110)_\beta // (0001)_\alpha$.

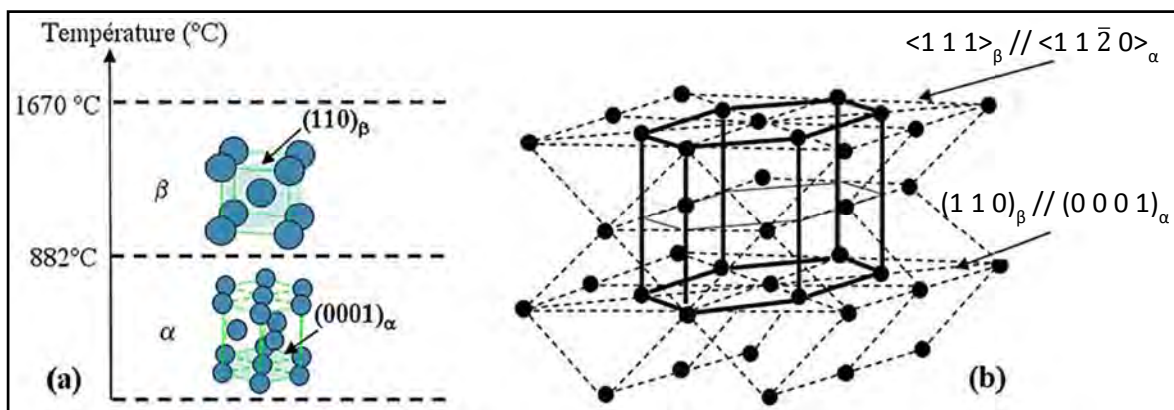


Figure 2 : (a) Structure cristalline du titane et (b) relations d'orientations de Burgers entre α et β ¹⁵.

Une autre représentation de la transformation de la phase β à la phase α est illustrée en Figure 3. Le déplacement des atomes par le mécanisme proposé par Burgers est inférieur à une distance interatomique, il n'y a donc pas de diffusion. Les paramètres de maille de la phase α sont : $a=2,951 \text{ \AA}$, $c=4,683 \text{ \AA}$ dans le groupe d'espace $P6_3/mmc$. Le rapport c/a est de 1,587, ce qui est inférieur à la valeur de 1,633 dans le cas d'une maille hexagonale compacte théorique. Le plan de base perd donc sa particularité d'être le plan dense au profit des faces du prisme ou plans pyramidaux. Cela a pour effet de multiplier les plans de glissement ou de maclage et confère au titane une ductilité relativement importante par rapport aux autres métaux hexagonaux (zinc ou magnésium).

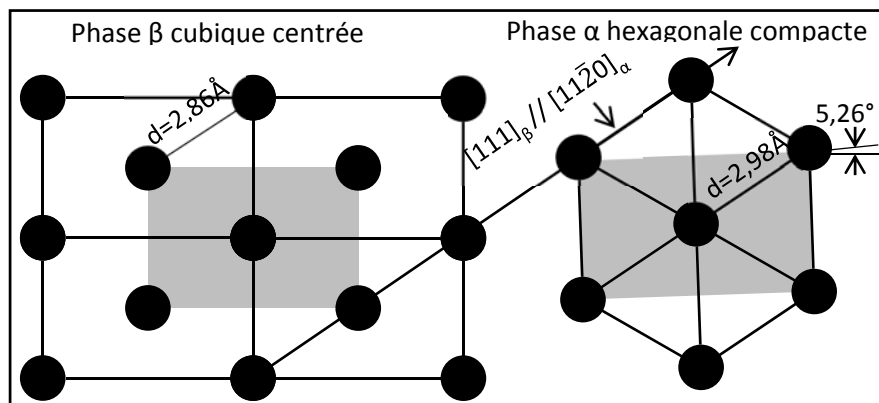


Figure 3 : Illustration du réarrangement atomique s'opérant lors de la transformation allotropique adaptée de^{15,16}. La distorsion du réseau est illustrée (distorsion de Bain) à droite.

1.2. Propriétés

Quelques propriétés physiques et mécaniques du titane pur ainsi que de l'aluminium et du fer sont présentées dans le Tableau 1.

Tableau 1 : Propriétés à 20°C de l'aluminium pur¹⁷, du titane pur¹⁸ et du fer pur¹⁹.

Élément	Aluminium	Titane	Fer
Module d'Young (GPa)	70	110	210
Limite d'élasticité à 0,2% (MPa)	15-30	275	170
Résistance maximale (MPa)	60-125	480	310
Allongement à la rupture	50%	28%	42%
Masse volumique (g.cm ⁻³)	2,70	4,51	7,87
Température de fusion (°C)	660	1670	1535
Résistivité électrique (μΩcm)	3	47,8	11,2
Coefficient de dilatation thermique (10 ⁻⁶ K ⁻¹)	23,5	8,5	12,3

Une des propriétés très intéressantes du titane notamment pour des applications dans le domaine de l'aéronautique est son coefficient de dilatation thermique très proche de celui des matériaux composites. Il est ainsi idéal comme nature de matériau pour des assemblages avec les pièces en matériaux composites. Ses propriétés mécaniques spécifiques importantes le rendent également tout indiqué pour des applications mécaniques. Cependant, son coût de fabrication (12 à 60 fois plus cher) entre également en considération et alors les alliages d'aluminium et les aciers le supplantent.

2. Les alliages de titane

Pour des applications mécaniques, des éléments d'alliage sont introduits dans le titane¹. A masse égale, un alliage de titane présente des propriétés mécaniques plus intéressantes que la plupart des aciers. De plus, le titane possède une très bonne résistance à la corrosion grâce aux 8 électrons manquants sur sa couche externe qui lui confèrent un caractère fortement électropositif. Cela permet la formation très rapide en surface d'un film de passivation formé d'un oxyde de titane TiO₂²⁰. Une bonne tenue mécanique à chaud est conservée jusqu'à 700°C avec cependant le risque d'absorber des éléments

fragilisants à partir de 450°C. Les caractéristiques mécaniques restent bonnes aux températures cryogéniques¹⁸.

2.1. Eléments d'alliage

Les éléments d'alliages utilisés avec le titane sont classés selon leur effet sur T_β . Lorsque ces derniers l'augmentent, ils sont appelés alphagènes. Ils se dissolvent préférentiellement dans la phase α . Lorsqu'ils diminuent T_β , ils sont appelés éléments bétagènes et se dissolvent préférentiellement dans la phase β . S'ils n'ont pas d'effet prononcé, ils sont dits neutres²¹. Finalement, il est possible de les classer en considérant le nombre n d'électrons de valence par atome de l'élément considéré²². Les éléments de valence supérieure au titane stabilisent la maille cubique centrée β .

2.1.1. Eléments alphagènes

L'aluminium est le principal élément alphagène substitutionnel et il y a trois éléments interstitiels majeurs qui sont l'oxygène, l'azote et le carbone. Ils vont avoir pour effet d'augmenter le domaine de stabilité de la phase α comme schématisé sur la Figure 4 (ligne rouge en pointillés). D'autres éléments sont également alphagènes mais peu utilisés (le bore, le gallium, le germanium...)²³.

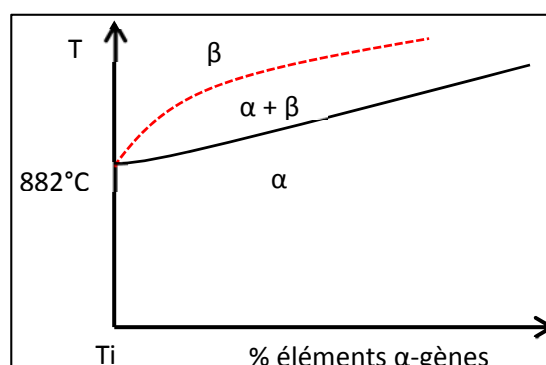


Figure 4 : Représentation schématique de l'influence des éléments alphagènes sur T_β ^{2,23}.

Aluminium

L'aluminium est l'élément d'alliage le plus couramment utilisé car il est très soluble autant dans la phase α que la phase β . Il se place en substitution. Dans la maille hexagonale, il va augmenter le rapport c/a . Cela a un effet durcissant : augmentation de la résistance mécanique et des propriétés en fluage mais diminution de la ductilité. Le diagramme binaire Ti-Al est présenté Figure 5. Au-delà de 6 à 7% massique d'aluminium, des précipités cohérents (qui ont une continuité cristallographique avec la matrice) de Ti_3Al (autrement nommée phase α_2) peuvent être observés²⁴ et sont plus ou moins dispersés selon la teneur en aluminium et l'histoire thermomécanique de l'alliage de

titane²⁵. Le domaine de stabilité en température de ces précipités est augmenté en présence d'oxygène²³. La phase α_2 précipite à environ 500°C. Afin d'éviter la formation de cette phase fragilisante, la teneur en aluminium est donc limitée à environ 6% massique pour les alliages de titane²³ et les traitements thermiques dans une gamme de température de 500 à 600°C sont limités. C'est une zone de température susceptible de fragiliser les pièces frittées lors du refroidissement après frittage par exemple.

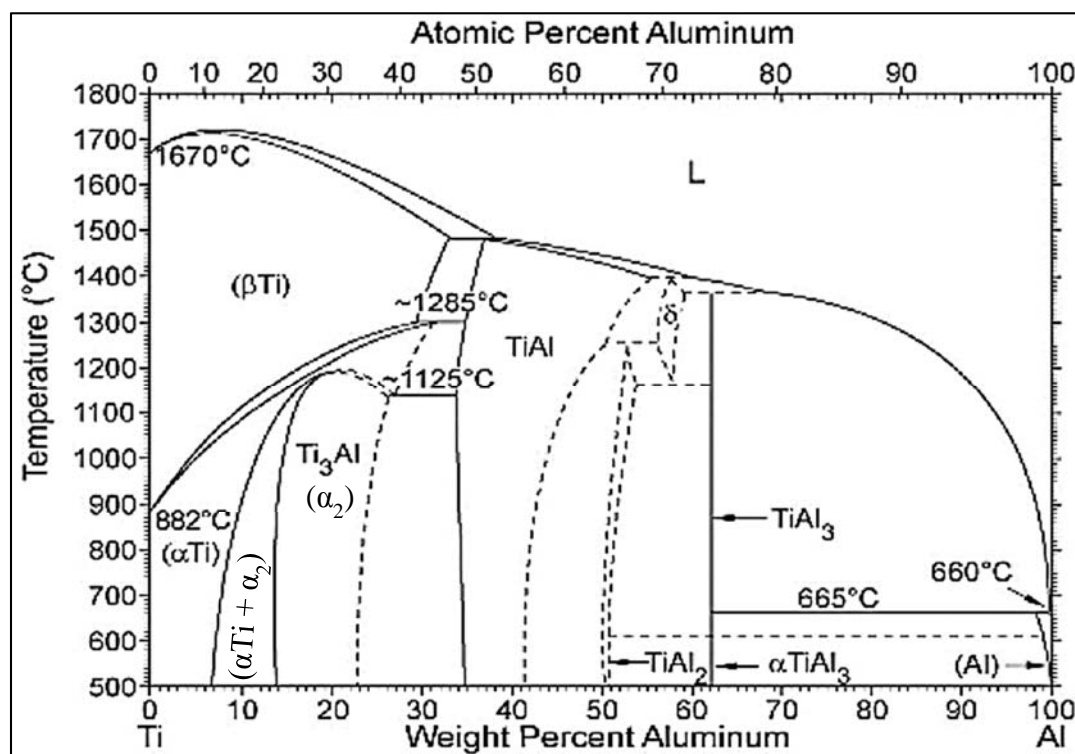


Figure 5 : Diagramme de phase Ti-Al²⁶.

Oxygène, carbone et azote

Ces trois éléments sont traités ensemble car il a été montré qu'ils jouent un rôle similaire sur les propriétés mécaniques et physiques du titane et de ses alliages²⁷ et une formule permettant de se ramener au pourcentage massique d'oxygène équivalent a été proposée (Équation 1) :

$$\%O_{\text{éq}} = \%O + \%C + 2\%N$$

Équation 1

Le titane possède une grande affinité avec ces trois éléments qui vont se placer dans les sites interstitiels dans la maille et durcir le matériau par solution solide. Une augmentation de 0,1% massique d' $O_{\text{éq}}$ entraîne une augmentation de 123MPa de la résistance maximale à la rupture²⁸. La solubilité maximale de l'oxygène est d'environ 10% massique dans la phase α ^{29,30} bien que des oxydes de titane fragilisants peuvent apparaître à partir d'une teneur de 3% massique³¹. Une contamination superficielle des pièces en oxygène entraîne une augmentation de la dureté et provoque un grossissement des

éléments microstructuraux de la phase α^{32} (α_{GB} , α_{WGB} , présentés dans la section 2.3.2). C'est pourquoi sa concentration est limitée à 2000ppm pour l'alliage de titane TA6V qui nous intéresse dans ces travaux. Le carbone et l'azote à forte concentration peuvent conduire à la précipitation de carbures ou de nitrures fragilisants. Le diagramme binaire Ti-C (voir Figure 6) révèle que le carbure de titane commence à se former pour des concentrations en carbone inférieures à 1% massique. C'est pourquoi la concentration en carbone est limitée à 800ppm pour l'alliage de titane TA6V.

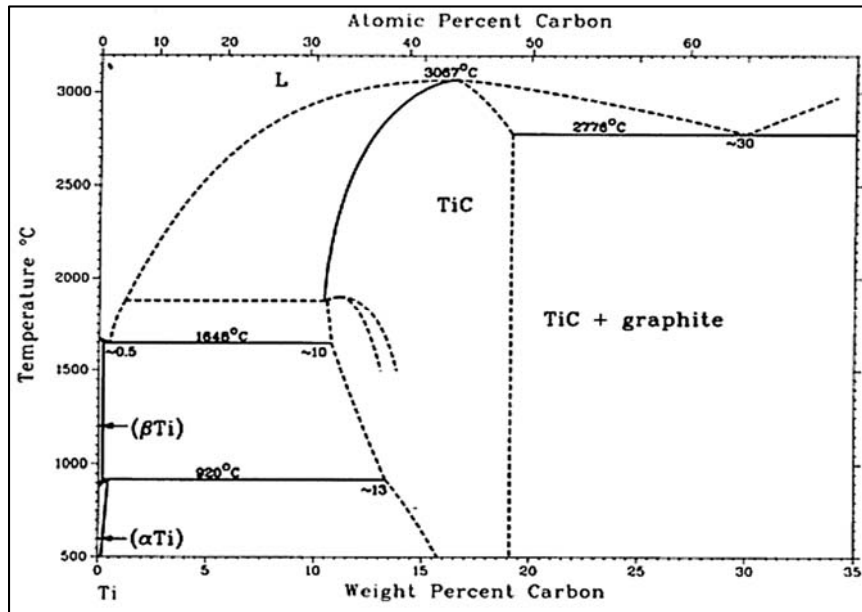


Figure 6 : Diagramme de phase Ti-C²⁶.

L'utilisation d'outillages en carbone lors du frittage (présentés en section 2.2.1 du Chapitre 2) peut provoquer des enrichissements exagérés en carbone des pièces frittées. De plus, bien que les essais de frittage soient réalisés sous vide, l'enrichissement en oxygène est également à contrôler.

Il existe une relation (Équation 2) entre T_β et le pourcentage massique d' O_{eq}^{33} qui illustre la sensibilité du titane avec les éléments interstitiels. T_β augmente très rapidement avec leur teneur.

$$T_\beta(^{\circ}C) = 937 + 242,7\%O_{eq} \quad \text{Équation 2}$$

Il est donc très important de contrôler précisément la teneur en oxygène équivalent autant pour des raisons de propriétés mécaniques que pour des raisons thermodynamiques. En effet, la modification de cette température de transus entraîne un changement dans l'équilibre des phases α et β .

Plusieurs autres éléments agissent de façon similaire sur les propriétés mécaniques des alliages de titane et certains d'entre eux ont un comportement α -gène seulement lorsqu'ils

sont en présence d'autres éléments comme l'étain en présence de l'aluminium²³. Ainsi, Rosenberg a proposé une relation (Équation 3) permettant de se rapporter au pourcentage massique d'aluminium équivalent³⁴ :

$$\%Al_{eq} = \%Al + \frac{1}{3}\%Sn + \frac{1}{6}\%Zr + 10(\%O + \%C + 2\%N) \quad \text{Équation 3}$$

2.1.2. Éléments bétagènes

Les éléments bétagènes sont divisés en deux catégories : isomorphes et eutectoïdes. Les éléments bétagènes isomorphes majoritairement utilisés sont le molybdène, le vanadium et le niobium. Une teneur suffisante de ces éléments permet de stabiliser la phase β à la température ambiante. Les éléments bétagènes eutectoïdes majoritairement utilisés sont le chrome, le fer, et le silicium. Ils vont augmenter le domaine de stabilité de la phase β (et donc diminuer T_β) comme schématisé sur la Figure 7.

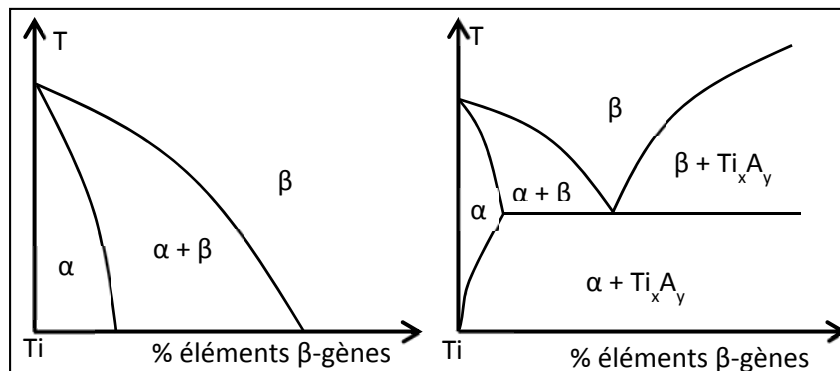


Figure 7 : Représentation schématique de l'influence des éléments bétagènes sur T_β ^{2,21}.

Vanadium :

Le vanadium en substitution dans la phase α réduit le rapport c/a. Il est donc utilisé pour réduire la tendance à la fragilisation des alliages riches en aluminium. Il abaisse cependant la tenue à l'oxydation. Il est limité à une teneur de 20% massique pour ne pas stabiliser complètement la phase β . A partir d'une teneur de 15% massique de vanadium, la phase β peut être stabilisée par trempe²¹, laquelle peut durcir par un traitement de revenu. L'influence du vanadium sur les propriétés mécaniques s'avère être similaire à celui de l'aluminium (rôle durcissant)³⁵.

Molybdène :

Le molybdène améliore la résistance mécanique sans réduire la ductilité tout en augmentant la tenue à l'oxydation³. Il empêche la précipitation grossière de α_2 et retarde sa précipitation fine.

Fer

Le fer améliore le compromis entre la résistance mécanique, la ductilité et le fluage à moyenne température (250 à 400°C). Il diminue considérablement T_{β} , ce qui permet de travailler l'alliage à plus basse température.

Silicium

Le silicium améliore la tenue au fluage par précipitation de siliciure. Néanmoins, sa teneur est limitée à environ 1% massique afin de ne pas trop dégrader la ductilité.

Chrome

Le chrome améliore la résistance mécanique mais diminue la ductilité.

Hydrogène

L'hydrogène a une influence très forte sur les propriétés mécaniques en augmentant la limite d'élasticité et en faisant chuter la ductilité^{36,37} lorsque sa teneur est suffisante ($>20\text{ppm}$ dans la phase α ³⁸, $>1000\text{ppm}$ dans la phase β ¹⁸). Ces modifications des propriétés mécaniques sont dues à la précipitation d'hydrures. Pour les alliages $\alpha+\beta$ dont le TA6V fait partie, l'hydrogène est majoritairement piégé par la phase β qui empêche toute précipitation d'hydrures.

2.1.3. Éléments neutres

Les éléments neutres majoritairement rencontrés sont le zirconium, l'hafnium (isomorphes) et l'étain (eutectoïde).

Zirconium et hafnium

Le zirconium et le hafnium sont complètement solubles aussi bien dans la phase α que dans la phase β . Ils améliorent le compromis entre la résistance mécanique et la ductilité. Cependant, il faut limiter leur teneur : par exemple, à partir de 5% massique de zirconium, les propriétés en fluage et de ductilité diminuent et la limite d'élasticité augmente³⁹.

Etain

L'étain permet un durcissement des alliages de titane par solution solide. Il améliore les propriétés en fluage et permet un compromis entre la résistance mécanique et la ductilité aux températures cryogéniques.

2.2. Les différents types d'alliage de titane suivant les phases stables à température ambiante

Selon la/les phase(s) présent(es) à température ambiante, il sera question d'alliages de titane " α ", " β ", "quasi- α ", " $\alpha+\beta$ " et "quasi- β "^{1,18}. Un rapport de la teneur en $Mo_{\text{éq}}$ sur la teneur en $O_{\text{éq}}$ permet de donner le type d'alliage correspondant :

- Les alliages α , composés de 100% de phase α : $X = \frac{\%Mo_{\text{éq}}}{\%Al_{\text{éq}}} = 0$
- Les alliages quasi- α , composés de très peu de phase β et très proches des alliages α : $0 < X \leq 0,3$
- Les alliages $\alpha+\beta$, composés de phase α et de phase β : $0,3 < X \leq 1,5$
- Les alliages quasi- β , composés de très peu de phase α et très proches des alliages β : $1,5 < X \leq 3$
- Les alliages β , composés de 100% de phase β : $3 < X$

Selon leur type, les alliages de titane ont des propriétés particulières. La Figure 8 illustre l'influence du type d'alliage sur certaines propriétés (en bas, les types d'alliage ; les flèches représentent dans quel sens est améliorée la propriété en question). Par exemple, l'alliage 15-3-3-3 a une meilleure forgeabilité à froid que l'alliage TA5E tandis que ce dernier a une meilleure tenue au fluage.

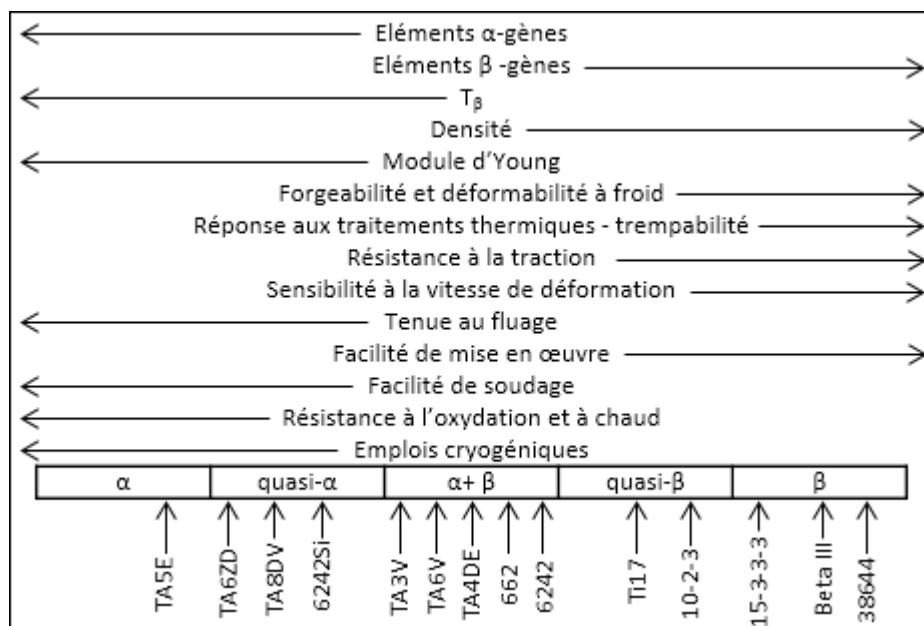


Figure 8 : Schéma représentatif du comportement de différents alliages²⁸.

2.3. TA6V (ou Ti-6Al-4V)

Le TA6V fait partie des alliages $\alpha+\beta$. Sa composition chimique en pourcentage massique selon la norme AIMS 03-18-007 est donnée dans le Tableau 2.

Tableau 2 : Composition chimique du TA6V selon la norme AIMS 03-18-007 (en pourcentage massique).

Elément	Al	V	Fe	O	C	N	H	Autre		Ti
								Chacun	Total	
Minimum	5,50	3,50	-	-	-	-	-	-	-	Base
Maximum	6,75	4,50	0,30	0,22	0,08	0,03	0,0125	0,10	0,40	

Selon les applications souhaitées, la teneur en éléments d'alliages varie. Ainsi, plus ces éléments seront présents (en particulier l'oxygène et l'azote) et plus la résistance mécanique augmentera au détriment de la ductilité, de la ténacité ou de la résistance à la corrosion sous contrainte¹. Il existe une variante ELI (pour Extra-Low-Interstitial) de cet alliage. Il s'agit particulièrement de diminuer sa teneur en oxygène et en fer, ce qui a pour conséquence de diminuer la résistance mécanique et de conférer davantage de ductilité. Les applications visées pour l'ELI sont médicales ou cryogéniques.

La composition chimique varie localement dans l'alliage et dépend de la phase dans laquelle la mesure se fait. Ainsi, il a été montré que la phase α d'un TA6V contient 6,7% massique d'aluminium et 2,8% massique de vanadium tandis que la phase β contient 5,1% massique d'aluminium et 13,1% massique de vanadium à l'équilibre thermodynamique⁴⁰.

Dans la suite de cette section, les aspects d'équilibre de phases, de microstructure et de propriétés mécaniques du TA6V liés à des domaines de températures vont être traités. Il convient donc de définir ces domaines de température qui vont être discutés : le domaine β désigne le domaine de température situé au-dessus de T_β . Le domaine $\alpha+\beta$ se situe entre $\approx 730^\circ\text{C}$ et T_β . Entre 600°C et 730°C , il est question d'un traitement thermique de revenu.

2.3.1. Equilibre des phases α et β dans le TA6V

L'évolution du pourcentage volumique de la phase β en fonction de la température est présentée Figure 9. A température ambiante et dans des conditions d'équilibre thermodynamique, le TA6V a une teneur en phase β d'environ 10% volumique. Cette proportion augmente selon la température pour être égale à 100% à T_β ($\approx 995^\circ\text{C}$).

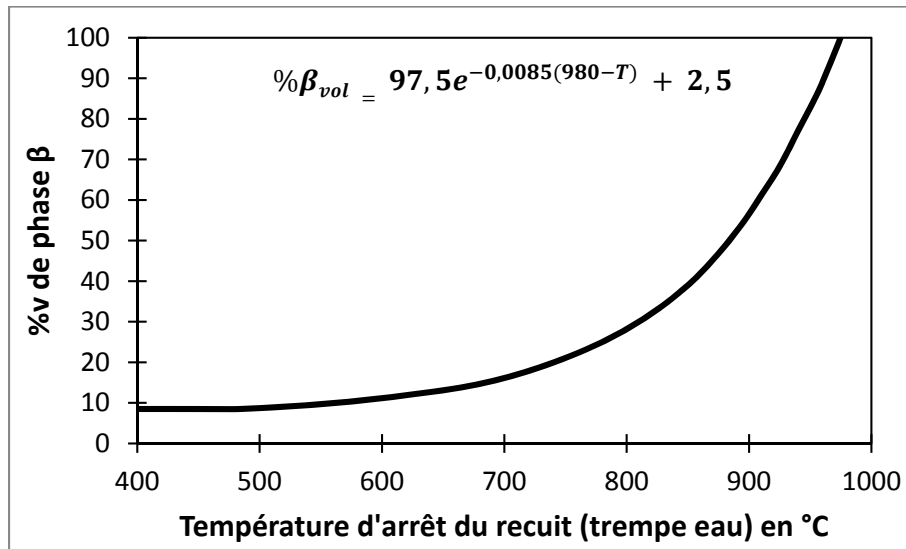


Figure 9 : Evolution de la fraction volumique de la phase β en fonction de la température⁴¹.

L'évolution de la fraction de phase α suite à une trempe depuis le domaine β jusqu'à une température donnée est présentée en Figure 10. Une soixantaine de seconde est suffisante pour atteindre l'équilibre thermodynamique⁴². La connaissance de ce temps nécessaire est importante car la microstructure de la poudre de TA6V utilisée pour ces travaux de thèse est martensitique (microstructure obtenue après une trempe depuis le domaine β).

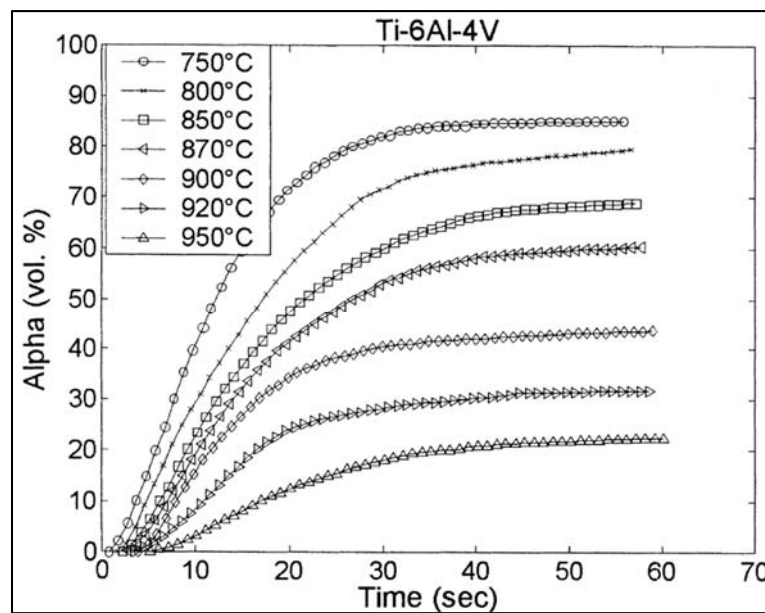


Figure 10 : Evolution du pourcentage volumique de la phase α en fonction du temps de maintien à une température donnée suite à une homogénéisation dans le domaine β suivie d'une trempe⁴².

2.3.2. Types de phase α et β

Malgré la présence de seulement deux phases, les microstructures observées dans le TA6V sont très variées. Elles résultent de l'histoire thermomécanique à laquelle l'alliage a été soumis. Avant de présenter les microstructures, il convient d'introduire les types de phase α et β existants.

Les phases β

- La phase β primaire (β_p) : c'est la phase stable présente au-dessus de T_β . Elle conditionne la formation des autres phases. La microstructure est équiaxe et la taille des grains β dépend de la température et du temps de mise en solution. Une loi de croissance isotherme de la taille des grains β a été formulée⁴³ (Équation 4) :

$$D^n - D_0^n = K \cdot t \cdot \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad \text{Équation 4}$$

où Q est l'énergie d'activation (J/mole), D et D_0 sont respectivement le diamètre final et initial des grains (en m), t le temps de maintien en température (en s), T la température de maintien isotherme (en K), n est un exposant dépendant du mode de croissance des grains et K une constante (en $m^n s^{-1}$).

La cinétique de croissance de grain provenant du même auteur est reprise sur la Figure 11.

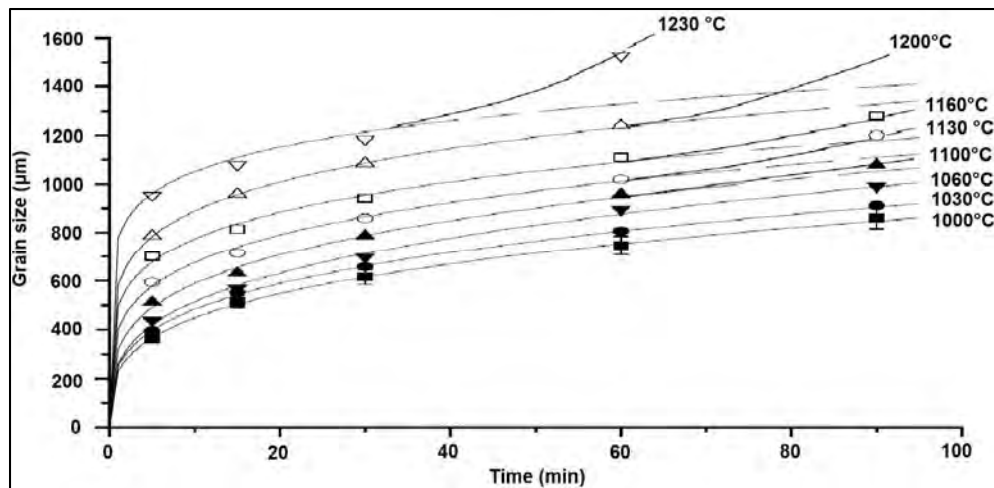


Figure 11 : Cinétique de croissance des grains β pour le TA6V lors d'une mise en solution dans le domaine β ⁴³.

Leur taille est à contrôler car elle affecte considérablement les propriétés mécaniques de l'alliage^{23,44}. L'allongement à la rupture est augmenté avec une taille des grains β qui se réduit²³.

- La phase β stable (β_s) : c'est la phase présente à température ambiante, stable et impossible à transformer en phase α . Elle est stable à cause d'un enrichissement en éléments bétagènes rendu possible par un refroidissement lent (plus le refroidissement est lent et plus le pourcentage volumique de β_s sera proche du pourcentage volumique de β à l'équilibre thermodynamique). Elle est stable lorsque la concentration locale de vanadium atteint environ 15% massique.
- La phase β transformée (β_t) : ce n'est pas à proprement parler une phase mais plutôt un ensemble de 2 phases ($\alpha_s + \beta_s$). De fines lamelles de phase α secondaires

(α_s) sont présentes dans une matrice de grains β . Cette "phase" se forme lors du refroidissement rapide suite à un traitement dans le domaine $\alpha+\beta$. Ce refroidissement entraîne la germination des lamelles de α_s dans les grains β présents à la température de mise en solution.

- La phase β métastable (β_m) : c'est une phase β_p hors équilibre à la température ambiante qui a la composition chimique de la phase β à haute température. Elle peut se transformer en phase α par un traitement thermique.

Les phases α

Elles se forment dès que la température devient inférieure à T_β . Plusieurs phases α sont distinguées.

- La phase α primaire (α_p) : c'est la phase α qui se forme lors d'un refroidissement depuis le domaine β à une vitesse lente ou modérée. Cette phase reste présente dans l'alliage tant que la température ne dépasse pas T_β . C'est une phase qui a une taille d'éléments microstructuraux plus grande que celles des phases secondaires car elle se forme en premier et lors d'étapes longues où une forte croissance est possible. La phase α primaire est distinguée par ses sites de germination :
 - α primaire au joint de grain (α_{GB} pour "grain boundary") : elle germe aux joints de grains des ex-grains β . Sa croissance se fait le long des joints de grains jusqu'à l'obtention d'un liseré continu autour de l'ex-grain β (voir Figure 12).
 - α primaire lamellaire ou Widmanstätten aux joints de grains (α_{WGB} pour "Widmanstätten grain boundary") : elle germe sur α_{GB} suivant une orientation particulière avec la phase β et forme des colonies de lamelles parallèles qui ont toutes la même orientation cristallographique. Elle croît vers l'intérieur du grain (voir Figure 12). La germination et la croissance de cette phase s'accompagnent de la diffusion des éléments d'alliages : les éléments alphagènes vers la phase α et les éléments bétagènes autour des lamelles α . C'est ce mécanisme qui va permettre la stabilisation de la phase β_s .
 - α primaire intragranulaire ou Widmanstätten intragranulaire (α_{WI} pour "Widmanstätten intragranular") : elle germe à l'intérieur de l'ex-grain β . Les dislocations libres au sein de l'ex-grain β sont des sites préférentiels de germination ⁴⁵. Les lamelles peuvent être enchevêtrées ou parallèles entre elles (voir Figure 12).

- La phase α secondaire (α_s) : c'est la phase α qui germe puis croît lors d'un refroidissement depuis le domaine $\alpha+\beta$. A une température donnée, l'équilibre se fait entre α et β . Les phases présentes sont alors α_{GB} , α_{WGB} , parfois α_{WI} , et β_s . Lors du refroidissement, la fraction volumique de β_s va diminuer au profit de la phase α . Ce sont alors des lamelles de α_s ou des nodules de α_s (si le refroidissement est très lent) qui vont germer au sein des grains β_s . En général, la phase secondaire va présenter des dimensions plus petites que la phase primaire.

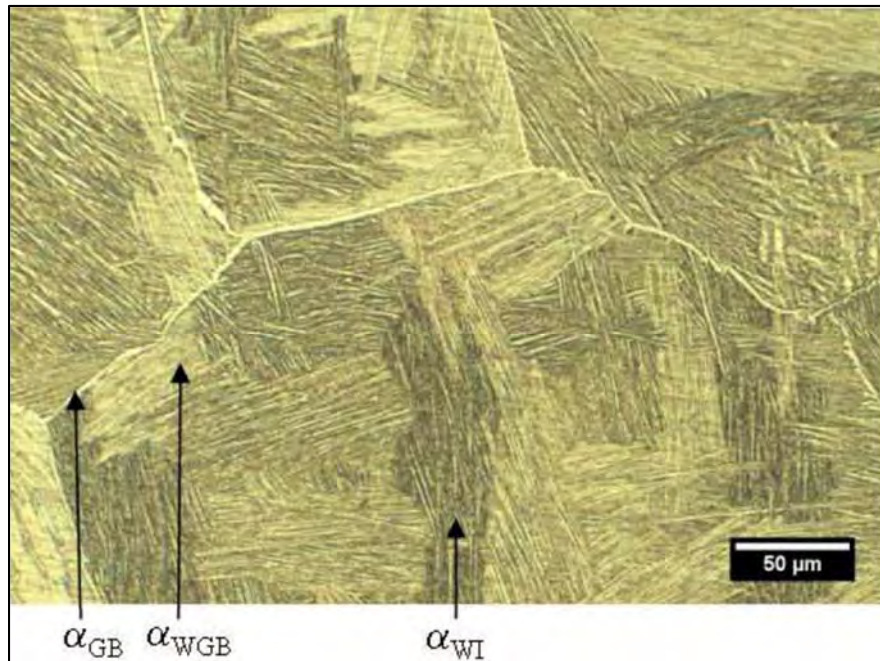


Figure 12 : Micrographie d'un alliage $\alpha+\beta$ ¹⁵. Les différentes phases α sont présentées.

La phase martensitique (α') : c'est une phase qui se forme lors d'un refroidissement rapide où il y a distorsion et cisaillement de la maille sans diffusion possible. Elle se présente sous la forme de fines aiguilles. La composition chimique de cette phase est ainsi celle de la phase β dont elle est issue. La température à partir de laquelle α' peut se former est notée M_s ("martensite start"). La concentration en éléments β -gènes fait diminuer M_s qui peut alors devenir inférieure à la température ambiante. Ainsi, dans l'alliage de titane TA6V, la martensite ne peut être formée qu'à partir de trempes depuis des températures supérieures à 650-750°C⁴⁶ à cause de la diffusion des éléments β -gènes lors du refroidissement depuis T_β (si le refroidissement se fait suffisamment lentement). La phase β présente à plus basse température sera donc stable (β_s) et ne sera plus susceptible de se transformer en martensite.

2.3.3. Morphologie des microstructures du TA6V

Différentes morphologies de microstructure peuvent exister au sein du TA6V en fonction du traitement thermomécanique subi par l'alliage. Les plus communes sont les structures lamellaires, équiaxes ou un mélange des deux, duplex (ou bimodales). Il existe également des microstructures plus particulières : la structure "mill-annealed" et la structure en collier.

La structure lamellaire :

Cette structure peut être simplement obtenue par un traitement thermique dans le domaine β (voir Figure 13). La vitesse de refroidissement après homogénéisation peut être adaptée en fonction de la microstructure souhaitée.

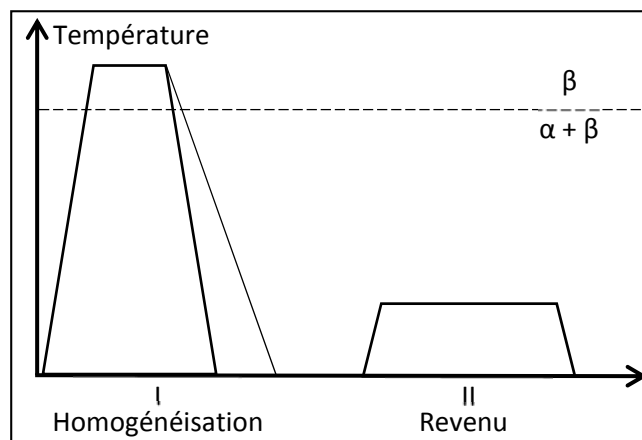


Figure 13 : Exemple schématique d'un traitement thermique conduisant à une microstructure lamellaire²³.

Un refroidissement lent depuis le domaine β va conduire à la nucléation et la croissance de la phase α . La microstructure est alors lamellaire épaisse (Figure 14a). En refroidissant plus vite, l'épaisseur des lamelles s'affine⁴⁷. Il est question ici de microstructure lamellaire en colonie (Figure 14b).

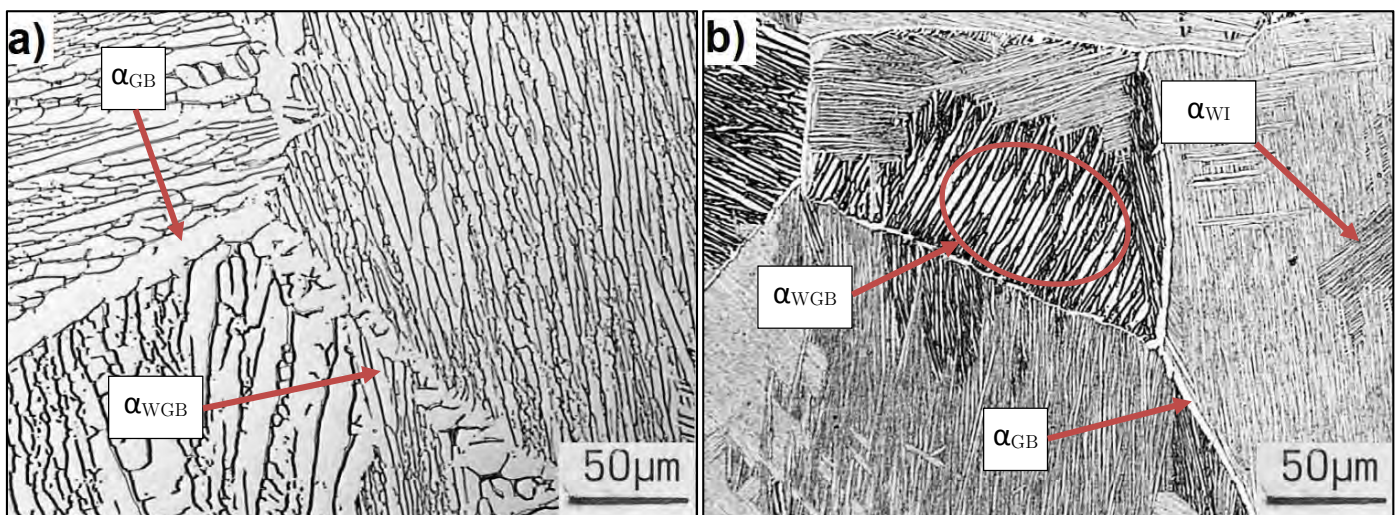


Figure 14 : Microstructures lamellaires en colonie sur un alliage $\alpha+\beta$. a) vitesse de refroidissement lente (1°C/min). b) vitesse de refroidissement plus rapide (100°C/min)⁴⁸.

Pour un refroidissement suffisamment rapide, une microstructure lamellaire de Widmanstätten peut être obtenue (voir Figure 15a). Elle est constituée d'un enchevêtrement de lamelles α formant un motif localement triangulaire qui se répète. Lors d'un refroidissement encore plus rapide (1000°C/min), la martensite se forme (voir Figure 15b).

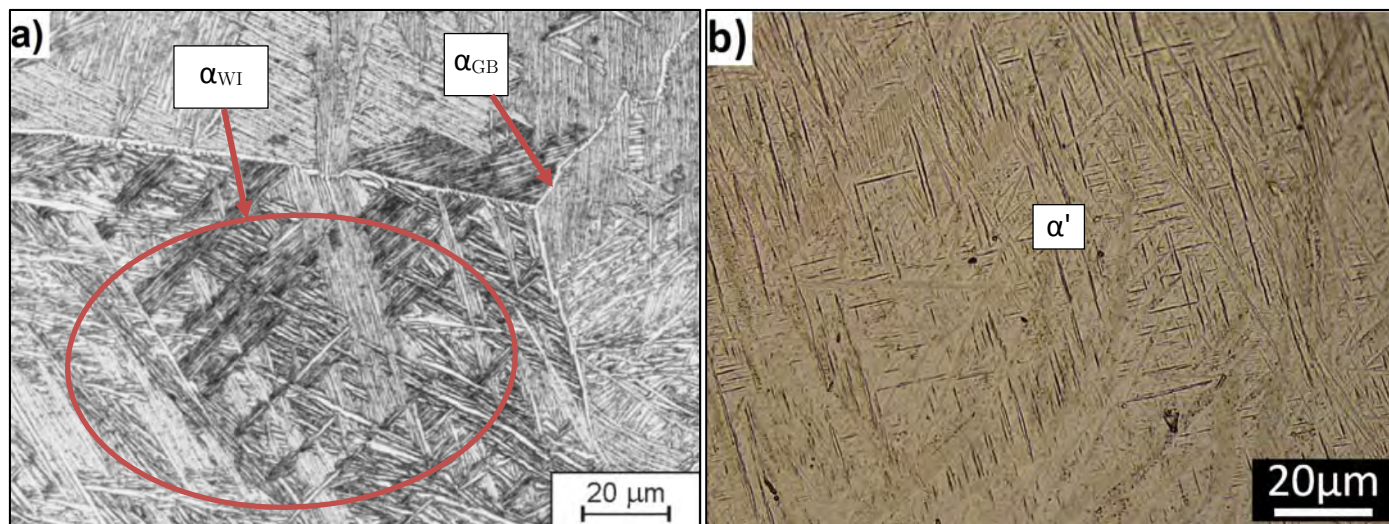


Figure 15 : Exemples de microstructure sur un alliage $\alpha+\beta$. a) structure de Widmanstätten⁴⁹ et b) structure martensitique.

Le Tableau 3 résume l'effet des paramètres prépondérant du traitement thermique sur la morphologie de la microstructure.

Tableau 3 : Effet des différents paramètres du traitement thermique de la Figure 13²³.

Etape du traitement	Paramètres importants	Influence sur la microstructure
I	Température augmente	Taille des grains β augmente
	Temps de maintien augmente	
	Vitesse de refroidissement augmente	Largeur des lamelles α diminue
		Taille des colonies de lamelles α diminue
II	Température de revenu augmente	Epaisseur α_{GB} diminue
		α_s dans β ($\rightarrow \beta_i$) augmente
		Présence de Ti_3Al (α_2) dans α si comprise entre 500 et 600°C

La structure forgée β :

Cette structure est obtenue de façon quasi-similaire aux structures lamellaires (voir Figure 16). La différence réside dans le fait que l'alliage subit en plus une déformation dans le domaine β .

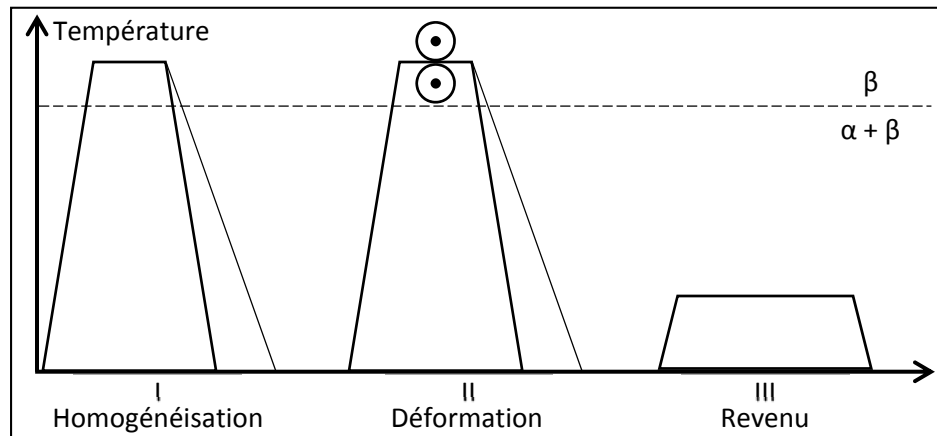


Figure 16 : Exemple schématique d'un traitement thermomécanique conduisant à une microstructure forgée β ²³.

Cette structure se présente avec des lamelles α toutes parallèles entre elles dans chaque grain β . De plus, la phase α_{GB} se retrouve morcelée (voir Figure 17).

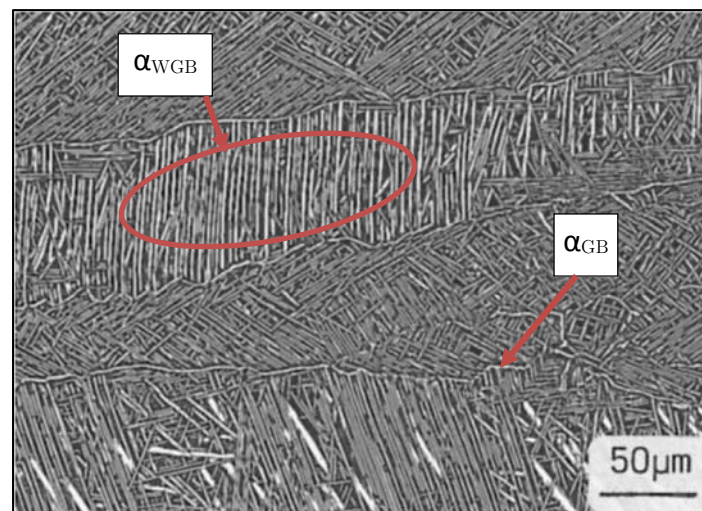


Figure 17 : Exemple de microstructure d'un alliage $\alpha+\beta$ forgée β ⁵⁰.

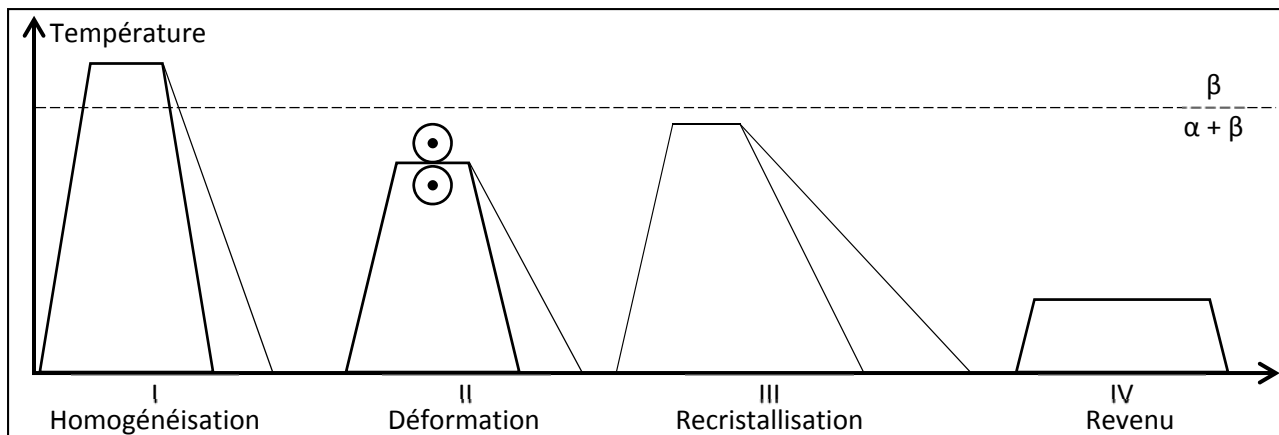
Les paramètres qui influencent la microstructure sont résumés dans le Tableau 4.

Tableau 4 : Effet des paramètres prépondérants lors du traitement thermique présenté Figure 16²³.

Etape du traitement	Paramètres importants	Influence sur la microstructure
II	Temps de déformation augmente	Structure devient plus recristallisée
	Mode de déformation (laminage, forgeage...)	Forme des grains β
	Taux de déformation augmente	Largeur des grains β (donc taille des colonies α) diminue Géométrie des α_{GB} est plus déformée
	Vitesse de refroidissement augmente	Structure moins recristallisée Taille des colonies α diminue Largeur des lamelles α diminue
III	Température de revenu augmente	α_s dans β ($\rightarrow \beta_i$) augmente Présence de Ti_3Al (α_2) dans α si comprise entre 500 et 600°C

La structure équiaxe :

Cette structure est obtenue en brisant les lamelles α lors d'un traitement thermomécanique dans le domaine de température $\alpha+\beta$ suivi d'une recristallisation permettant de générer des globules notées α_n ⁵¹. Si la recristallisation se fait dans le haut domaine $\alpha+\beta$ ($>900^\circ\text{C}$ pour le TA6V), un refroidissement lent doit être appliqué (voir Figure 18). En effet, une vitesse de refroidissement suffisamment lente permet la croissance seule des globules sans nucléation possible de lamelles dans β .


Figure 18 : Exemple schématique d'un traitement thermomécanique dans le haut domaine $\alpha+\beta$ et refroidissement lent conduisant à une microstructure équiaxe²³.

Si la recristallisation se fait dans le bas domaine $\alpha+\beta$ ($\approx 800^\circ\text{C}$), la proportion de α est alors suffisamment élevée pour former directement les globules à partir des lamelles brisées (voir Figure 19).

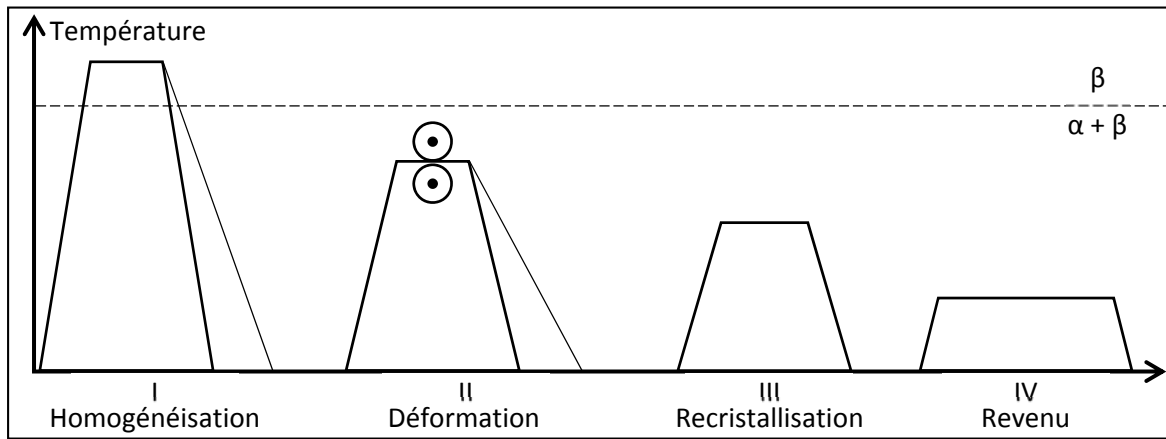


Figure 19 : Exemple schématique d'un traitement thermomécanique dans le bas domaine $\alpha+\beta$ conduisant à une microstructure équiaxe²³.

L'avantage de faire le traitement à plus basse température réside dans l'obtention d'une microstructure plus fine. Deux exemples de microstructures équiaxes sont présentées Figure 20 correspondant aux deux traitements thermiques.

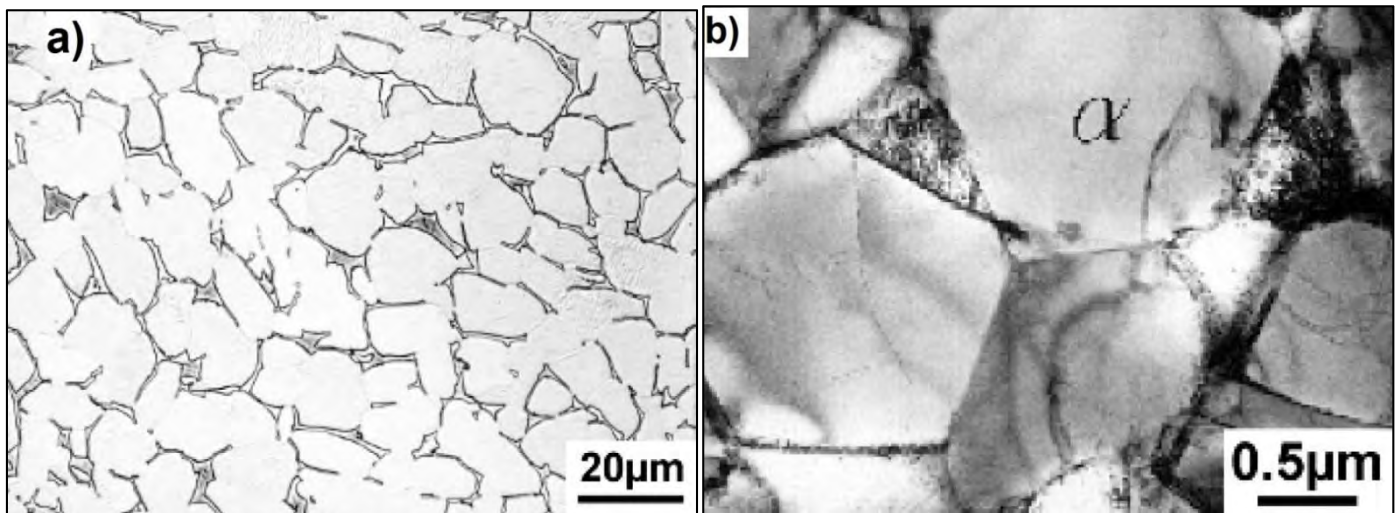


Figure 20 : Exemples de microstructures équiaxes sur un alliage $\alpha+\beta$. a) microstructure obtenue par un refroidissement lent suite à un traitement dans le haut domaine $\alpha+\beta$ (voir Figure 18). b) microstructure plus fine obtenue par une recristallisation dans le bas domaine $\alpha+\beta$ (voir Figure 19)²³.

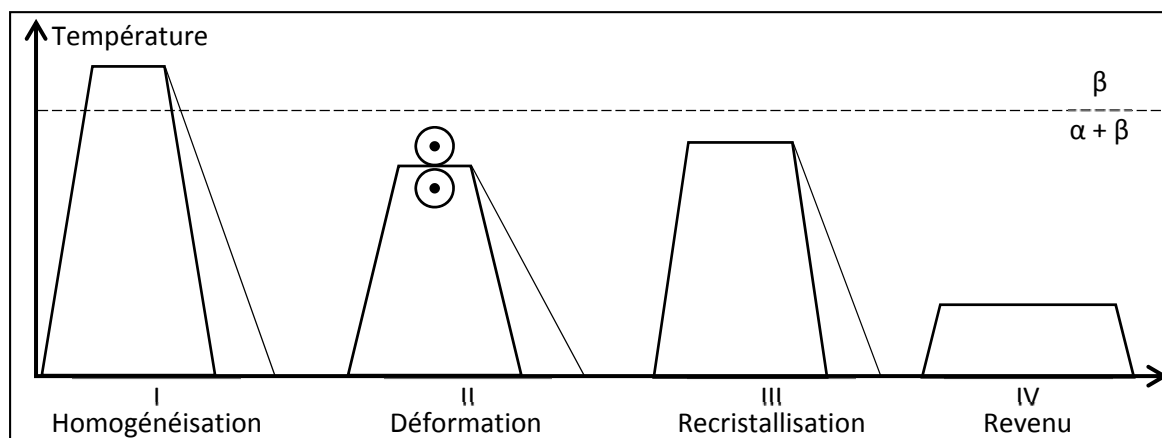
Les paramètres prépondérants pour l'obtention des microstructures sont résumés dans le Tableau 5.

Tableau 5 : Effet des paramètres prépondérants lors des traitements thermiques présentés Figure 18 et Figure 19²³.

Etape du traitement	Paramètres importants	Influence sur la microstructure
I	Vitesse de refroidissement augmente	Largeur des lamelles α diminue (Influencera le diamètre de α_n)
II	Température de déformation Taux de déformation augmente Mode de déformation (laminage, forgeage...)	Type de texture Texture plus intense Densité de dislocation augmente Symétrie de la texture
III	Refroidissement lent Basse température	Tout équiaxe Tout équiaxe
IV	Température de revenu augmente	α_s dans β ($\rightarrow \beta_i$) augmente Présence de Ti_3Al (α_2) dans α si comprise entre 500 et 600°C

La structure duplex :

Cette structure est obtenue de façon similaire à la structure équiaxe recristallisée dans le haut domaine $\alpha+\beta$. Une plus grande vitesse de refroidissement suite à l'étape de recristallisation (étape III de la Figure 18) permet d'obtenir une microstructure duplex. Un exemple de traitement thermique est présenté en Figure 21.

Figure 21 : Exemple schématique d'un traitement thermomécanique conduisant à une microstructure duplex²³.

L'influence de la vitesse de refroidissement suite à l'étape I d'homogénéisation va conduire à des lamelles de phase α plus ou moins fines qui engendreront des globules de phase α plus ou moins fins (voir Figure 22).

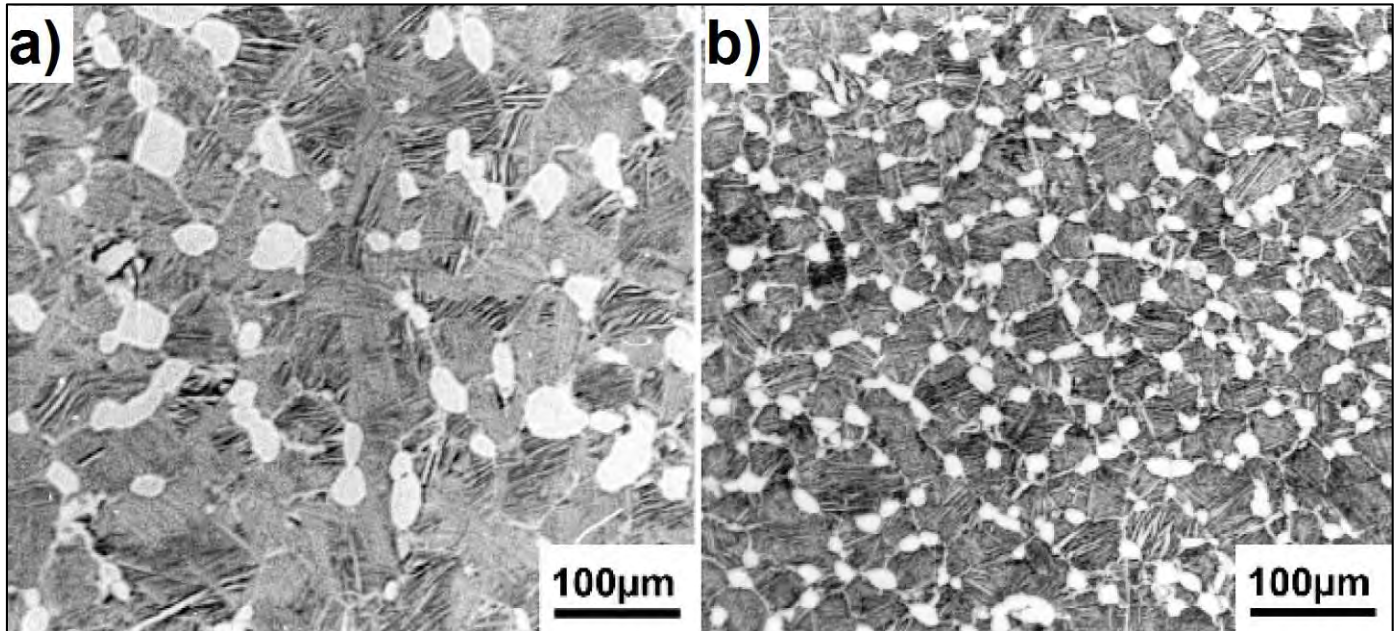


Figure 22 : Exemples de microstructures duplex sur un alliage $\alpha+\beta^{23}$. a) microstructure suite à un refroidissement lent après l'étape I (voir Figure 21). b) microstructure suite à un refroidissement plus rapide après l'étape I (voir Figure 21).

Le Tableau 6 résume l'effet des paramètres prépondérants.

Tableau 6 : Effet des paramètres prépondérants lors du traitement thermique présenté Figure 21²³.

Etape du traitement	Paramètres importants	Influence sur la microstructure
I	Vitesse de refroidissement augmente	Largeur des lamelles α diminue (influencera le diamètre de α_n)
II	Température de déformation Taux de déformation augmente Mode de déformation (laminage, forgeage...)	Type de texture Texture plus intense Densité de dislocation augmente Symétrie de la texture
III	Température augmente Vitesse de refroidissement augmente	pourcentage volumique de α_n augmente Faible répartition des éléments d'alliages Largeur des lamelles α diminue
IV	Température de revenu augmente	α_s dans β ($\rightarrow \beta_t$) augmente Présence de Ti_3Al (α_2) dans α si comprise entre 500 et 600°C

La structure "mill-annealed" :

Cette microstructure est obtenue de façon similaire à la microstructure duplex et équiaxe à ceci près que l'étape de recristallisation est absente. Cependant, le taux de recristallisation peut en partie être contrôlé par le nombre d'occurrence de l'étape II (voir Figure 23) ou par la vitesse de refroidissement après l'étape II. Une microstructure recristallisée (Figure 24a) et non recristallisée (Figure 24b) sont représentées.

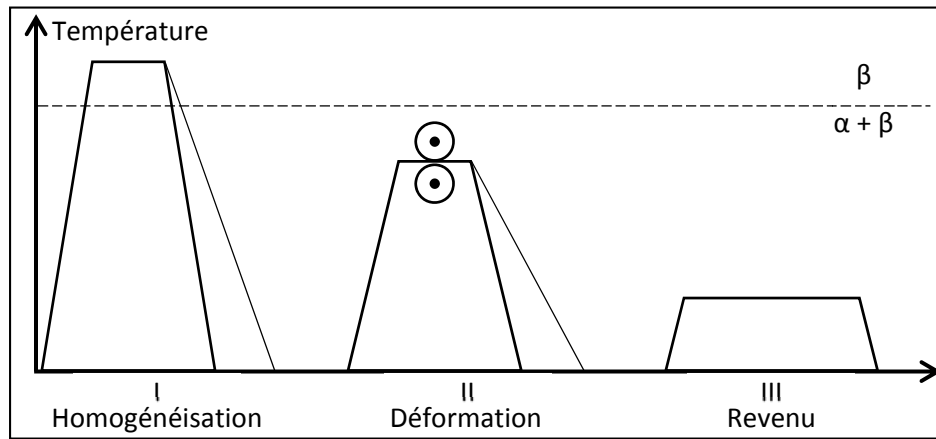


Figure 23 : Exemple schématique d'un traitement thermomécanique dans le bas domaine $\alpha+\beta$ conduisant à une microstructure "mill-annealed"²³.

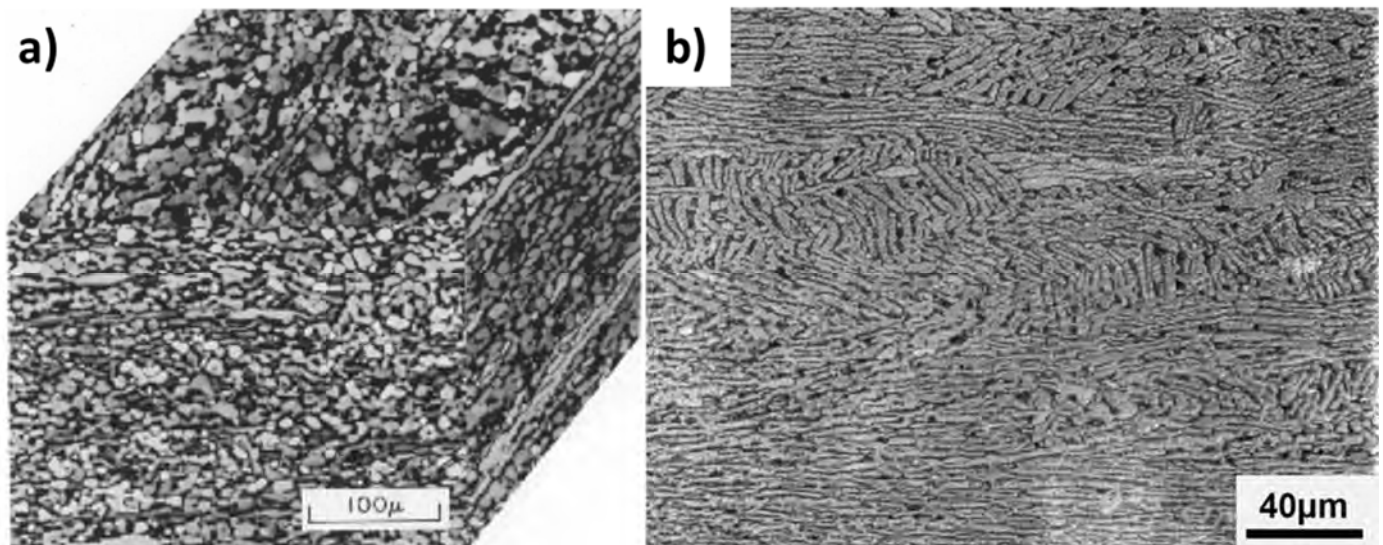


Figure 24 : Exemples de structure "mill-annealed" sur un alliage $\alpha+\beta$ ²³. a) microstructure recristallisée, b) microstructure quasiment non recristallisée.

La structure en collier :

C'est une structure qui est obtenue par une déformation mécanique ayant lieu depuis le domaine β vers le domaine $\alpha+\beta$ (voir Figure 25a). Vers la fin de la déformation (donc dans le domaine $\alpha+\beta$), la phase α se formant aux joints de grains β est déformée et recristallise en globules (voir Figure 25b).

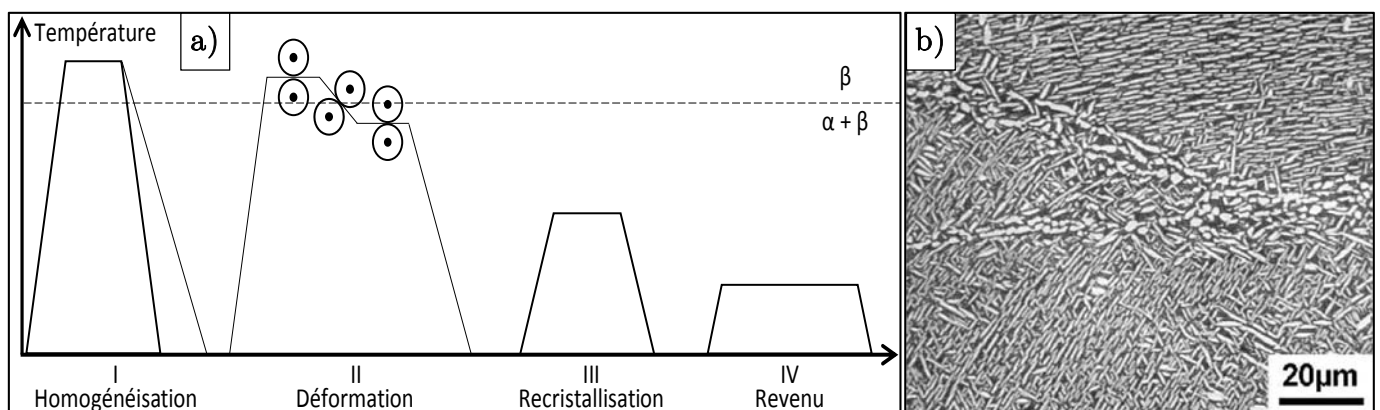


Figure 25 : Exemple schématique d'un traitement thermomécanique depuis le domaine β vers le bas $\alpha+\beta$ conduisant à une microstructure en collier²³.

2.3.4. Cinétique de transformation de phase : diagrammes TTT et TRC

Les diagrammes TTT (temps-température-transformation) caractérisent la nature et les instants de début et de fin de transformations structurales en fonction de la température de maintien consécutive à une trempe. Les cinétiques de transformation $\beta \rightarrow \alpha + \beta$ ont été étudiées par mesure de résistivité électrique^{42,52}. Ces résultats viennent compléter les premiers résultats obtenus peu précis (voir Figure 26).

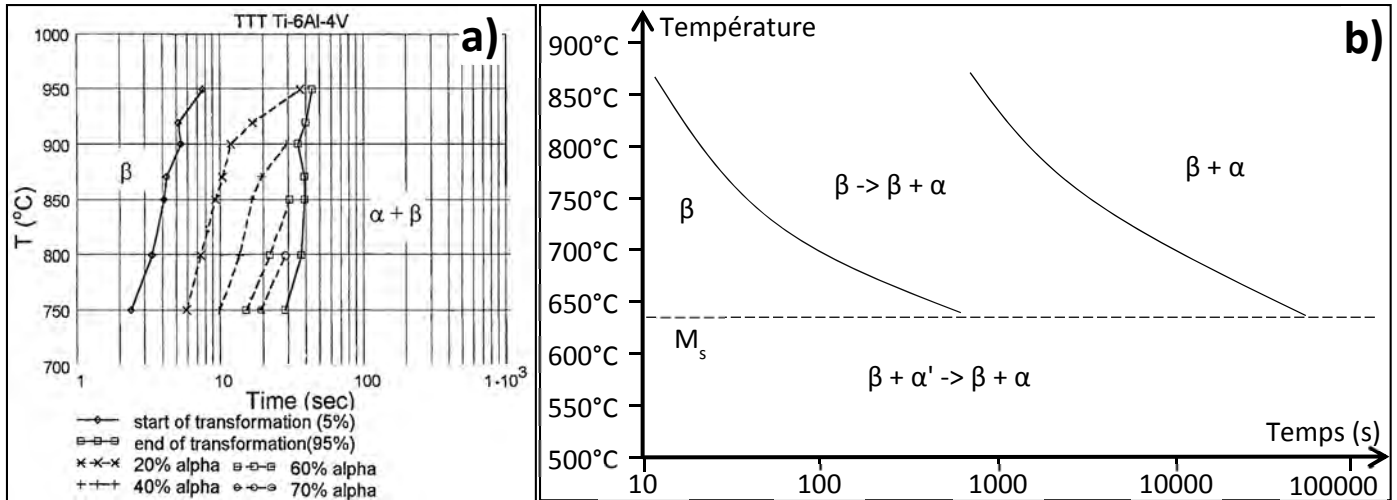


Figure 26 : a) Diagramme TTT du TA6V par Malinov et al.⁴² à partir d'une mise en solution dans le domaine β (1100°C) et b) Diagramme TTT adapté de Tanner⁵³ à partir d'une mise en solution dans le domaine β (1020°C).

Les diagrammes TRC (transformation en refroidissement continu) caractérisent le comportement métallurgique du lors d'un refroidissement continu vers la température ambiante. Ils définissent pour un ensemble d'histoires thermiques subies par la pièce au refroidissement, les instants et les températures de début et de fin de transformations de phase relatives à chacune de ses histoires thermiques particulières (voir Figure 27).

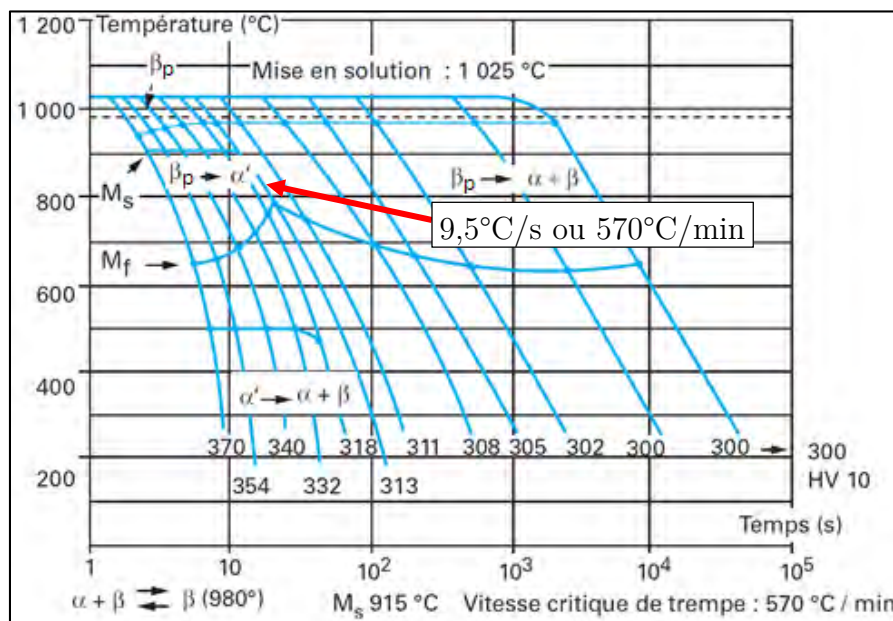


Figure 27 : Diagramme TRC du TA6V à partir d'une mise en solution dans le domaine β (1025°C)⁴⁶.

Sur le diagramme TRC présenté, la martensite ne se forme qu'à partir de vitesses de refroidissement de 570°C/min. Cette vitesse est importante à identifier car elle va conditionner la présence ou non de martensite après frittage SPS du TA6V.

2.3.5. Propriétés mécaniques en traction : généralités

Les propriétés mécaniques vont être dépendantes du type de microstructure ainsi que de la taille des éléments microstructuraux.

Effet du type de microstructure

Des tendances générales sont observées¹⁸ : comparativement et pour un même alliage, la structure équiaxe présente des propriétés de résistance en traction et de ductilité accrues par rapport à la structure lamellaire. Des données de la littérature sont regroupées dans le Tableau 7. Les tendances générales décrites précédemment sont retrouvées.

Tableau 7 : Propriétés en traction de différents TA6V selon le type de microstructure.

Réf	Microstructure	Résistance maximale à la traction (MPa)	Allongement à la rupture
Huez et al. ⁵⁴	Equiaxe	990	13%
	Lamellaire	860	4,5%
Buirette ¹⁵	Equiaxe	1013	16%
	Lamellaire	890	7%
Williams et al. ⁵⁵	Equiaxe	876-973	10-15,5%
	Lamellaire	856	11,2%
	Martensitique	932	5,9%

Effet de la finesse de microstructure

Plusieurs auteurs montrent qu'en affinant la microstructure (par des refroidissements plus rapides après traitement thermique), la résistance maximale est inchangée ou augmentée et l'allongement à la rupture est augmentée (voir Tableau 8).

Tableau 8 : Propriétés en traction de différents TA6V selon leur finesse de microstructure.

Réf	Microstructure	Résistance maximale (MPa)	Allongement à la rupture
Gil et al. ⁴⁷	Lamellaire épaisse	954	7%
	Lamellaire moyenne	992	8%
	Lamellaire fine	1020	8%
Ivasishin et al. ⁵⁶	Lamellaire épaisse	990	4,7%
	Lamellaire fine	1090	8,1%
Sherman et al. ⁵⁷	Equiaxe épaisse	993	21%
	Equiaxe fine	1000	26%
Hall et al. ⁵⁸	Lamellaire épaisse	1050	10,5%
	Lamellaire fine	1170	11,5%
	Equiaxe épaisse	1010	14%
	Equiaxe fine	990	16,5%

Les meilleurs comportements en traction sont donc observés pour les microstructures équiaxes fines.

Sensibilité à la vitesse de déformation

Les essais mécaniques mettent en jeu des vitesses de déformations différentes qui peuvent avoir un effet sur la réponse mécanique du matériau. Pour des essais de traction avec des vitesses allant de 10^{-3}s^{-1} à 1s^{-1} , Lecomte⁵⁹ relève une augmentation de la limite d'élasticité de 50 à 100MPa. Les résultats de Zhou et al.⁶⁰ (essais à température ambiante, microstructure duplex) sont résumés dans le Tableau 9. En augmentant la vitesse de déformation, la résistance mécanique du TA6V est augmentée et l'allongement à rupture diminue. D'après les auteurs, les différences de comportement en fonction de la vitesse de déformation sont dues à un changement du mécanisme de déformation plastique : glissement de dislocations aux basses vitesses de déformation et maclage aux hautes vitesses de déformation.

Tableau 9 : Propriétés en traction d'un TA6V en fonction de la vitesse de déformation⁶⁰.

Vitesse de déformation	Limite d'élasticité à 0,2% (MPa)	Résistance maximale (MPa)	Allongement à la rupture
$4,68.10^{-5}$	871	955	15,7%
$4,68.10^{-3}$	951	987	14,3%
$4,68.10^{-1}$	1030	1053	13,3%

Il convient donc de faire attention aux vitesses de déformation des essais pour comparer efficacement plusieurs résultats.

2.3.6. Propriétés mécaniques en traction liées aux procédés de fabrication

Après la fabrication du lingot de TA6V (par refusion de l'électrode sous vide ou refusion sur sole froide), différents procédés de fabrication peuvent être utilisés. Chacun présente des avantages et inconvénients de fabrication (coût, faisabilité...) et ont des effets sur la microstructure et donc les propriétés mécaniques de l'alliage une fois mis en forme.

Les procédés qui seront traités ici concernent le forgeage avec une attention particulière au laminage qui introduit une texturation de la microstructure et des procédés permettant la réalisation de pièce près des cotes : la fonderie et la métallurgie des poudres (compaction isostatique à chaud "HIP" et SPS).

Forgeage

Les procédés de forgeage consistent à amener une pièce aux cotes désirées par déformation plastique. Ils sont associés à un chauffage de la pièce rendant possible la déformation de la pièce. Suite au forgeage, deux types d'opérations sont généralement appliquées :

- un traitement de revenu (aux alentours de 700 à 800°C, 1 à 4h) avec refroidissement lent voire très lent
- un traitement de mise en solution dans le domaine $\alpha+\beta$ (aux alentours de 800 à 970°C, 1 à 4h) et trempé accompagné d'un vieillissement (aux alentours de 425 à 650°C, 4 à 8h) avec refroidissement lent. Ce dernier type de traitement sera appelé la mise en solution par la suite. Le vieillissement permet d'améliorer le compromis entre les propriétés en traction, en ténacité et en fluage.

Très généralement, la mise en solution se fait pour des températures situées entre 910 et 970°C, afin d'obtenir une bonne ductilité et une bonne résistance mécanique⁵. Les meilleures propriétés sont ainsi obtenues pour une mise en solution à une température élevée dans le domaine $\alpha+\beta$ et le refroidissement qui s'en suit doit être rapide pour obtenir de meilleures propriétés (voir Tableau 10).

Tableau 10 : Propriétés en traction de différents TA6V en fonction de la vitesse de refroidissement après mise en solution.

Réf	Traitement thermique	Limite d'élasticité à 0,2% (MPa)	Résistance maximale (MPa)	Allongement à la rupture
1,3,5	900°C + trempe + vieillissement	923-1014	1117	15%
	900°C + refroidissement lent + vieillissement	855-938	965-1029	17%
	955°C + trempe + vieillissement	951-1069	1117-1186	16-17%
	955°C + refroidissement lent + vieillissement	834-898	937-1020	16-19%

Cependant, la taille des pièces sensibles à ce type de traitement est limitée. En effet, sur des pièces de diamètre supérieur à 25mm, le refroidissement à cœur est trop lent. Un traitement thermique de mise en solution ne peut alors plus être efficace⁵ (voir Tableau 11) et les pièces sont livrées suite à un traitement thermique de revenu⁵.

Tableau 11 : Résistance maximale à la traction d'un TA6V en fonction du diamètre de billette pour une mise en solution.

Réf	Diamètre	Limite d'élasticité à 0,2% (MPa)	Résistance maximale (MPa)	Allongement à la rupture
1	<13 mm	1070	1135	10%
	13-25 mm	1035	1105	10%
	25-40 mm	1000	1070	10%
	40-50 mm	965	1035	10%
	50-75 mm	896	965	10%

Le traitement de revenu constitue un traitement habituellement moins contrôlé⁵. Cependant, de nombreuses pièces sont fournies dans cet état de traitement thermique.

Tout comme la mise en solution, la taille des pièces affecte les propriétés mécaniques des alliages de TA6V ayant subi un traitement thermique de revenu (voir Tableau 12).

Tableau 12 : Propriétés en traction de différents TA6V en fonction du diamètre de billette pour un revenu.

Réf	Diamètre	Limite d'élasticité à 0,2% (MPa)	Résistance maximale (MPa)	Allongement à la rupture
47	12 mm	986	1050	14%
	50 mm	965	1015	14%
3,5	102 mm	930	1000	12%
	205 mm	895	965	11%

Les propriétés en traction pour un traitement de revenu du TA6V de différents auteurs sont regroupées dans le Tableau 13.

Tableau 13 : Propriétés en traction de différents TA6V revenus.

Réf	Limite d'élasticité à 0,2% (MPa)	Résistance maximale (MPa)	Allongement à la rupture
1,3,5,47,61	825-986	895-1050	10-17%

Cas du laminage

Le laminage (à plat ou circulaire) permet d'obtenir rapidement des tôles et des disques. Cependant, il crée une forte texturation qui rend anisotropes les propriétés mécaniques de la pièce finale. Elles sont favorisées dans le sens de laminage (notée "sens long" contrairement au "sens travers", voir Tableau 14).

Tableau 14 : Propriétés en traction de différents TA6V laminés dans le domaine $\alpha+\beta$.

Réf	Sens de l'essai	Limite d'élasticité à 0,2% (MPa)	Résistance maximale (MPa)	Allongement à la rupture
1	Sens long	982 à 1117	1026 à 1127	8,5 à 12,7%
	Sens travers	859 à 927	944 à 1048	8,2 à 11,3%
3	Sens long	1061 à 1165	1105 à 1225	7,5 à 8%
	Sens travers	855 à 925	915 à 995	6,5 à 8%
55	Sens long	1063	1132	16%
	Sens travers	883	918	13%
54	Sens long	910	1000	13%
60	Sens long	951	987	14,3%

Fonderie

Pour la fabrication par fonderie, une bonne précision des cotes de la pièce finale est obtenue. Cependant, des précautions particulières doivent être prises quant à la pollution chimique qui peut être induite par le moule. Ainsi, Jovanovic et al.⁶² attribuent les faibles allongements à la rupture qu'ils enregistrent (1,5 à 4% après fonderie et traitement thermique) à une pollution au carbone provenant du moule et formant du TiC. Les propriétés des alliages de titane TA6V obtenus par fonderie sont regroupées dans le Tableau 15.

Tableau 15 : Propriétés mécaniques en traction de différents TA6V obtenus par fonderie.

Réf	Détails	Limite d'élasticité à 0,2% (MPa)	Résistance maximale (MPa)	Allongement à la rupture
63-66	Fonderie	775-895	810-1000	1-8%
	Fonderie + traitement thermique	813-1040	917-1125	5-10%

Les pièces obtenues nécessitent des traitements thermiques du fait des faibles allongements à ruptures enregistrés par différents auteurs directement après fonderie (1,2 à 8%). Ainsi, des allongements à rupture allant de 8 à 10% sont enregistrés.

Métallurgie des poudres

La métallurgie des poudres regroupe l'ensemble des procédés mettant en forme une pièce par chauffage à partir de poudre (fabrication additive, frittage naturel, frittage sous charge...). Ici, les données de la littérature concernant le SPS et la compaction isostatique à chaud ("Hot-Isostatic-Pressing" en anglais ; HIP) sont présentées. Le HIP est choisi car la poudre de TA6V utilisée dans ces travaux de thèse est une poudre commercialisée pour le HIP.

Pour obtenir des pièces par métallurgie des poudres, des mélanges de poudres élémentaires peuvent être utilisés mais les résultats présentés ici concernent des poudres préallées obtenues à partir du procédé PREP ("plasma rotative electrode process", décrit ci-après) d'une billette de TA6V forgée. Les granules obtenus présentent de faibles ségrégations chimiques dues au faible volume de matière mis en jeu permettant des cinétiques de refroidissement très rapides sur des distances très courtes.

Il existe quatre principales méthodes d'obtention de poudre : procédé à électrode tournante ("Rotative Electrode Process", REP), procédé à électrode tournante et torche plasma ("Plasma Rotating Electrode Process", PREP), atomisation au gaz ("Gaz Atomisation", GA), atomisation à la torche plasma ("Plasma Atomisation", PA). Les travaux de la thèse se focalisent sur le PREP car les poudres obtenues présentent une grande sphéricité un très faible taux de porosité interne des granules.

Le REP utilise un arc au tungstène pour fondre le lingot. Des inclusions de tungstène peuvent se trouver dans la poudre finale.

Le PREP utilise un arc plasma pour fondre le lingot. La poudre obtenue a une composition chimique inaltérée par rapport à celle du lingot car aucun contact entre le lingot et le procédé n'a lieu (plus de détails dans la section 1.1 du Chapitre 2).

Le GA consiste à faire fondre un lingot et de souffler un jet de gaz neutre, souvent de l'hélium, pour obtenir de fines gouttelettes de métal qui vont se solidifier. Les granules peuvent être altérés en composition chimique et avoir une porosité fermée, ce qui peut être préjudiciable pour obtenir une densification complète du massif.

Le PA consiste à faire fondre un lingot et d'obtenir des gouttelettes de métal grâce à une torche plasma. Cela a pour effet de ne pas altérer la chimie du lingot initial. Une porosité interne peut cependant être présente.

Les massifs obtenus par métallurgie des poudres peuvent trouver une application directement après fabrication. Des traitements thermomécaniques et/ou thermiques supplémentaires peuvent aussi être utilisés afin d'améliorer les propriétés mécaniques.

HIP (Hot-Isostatic-Pressing)

Le Tableau 16 présente les propriétés en traction obtenues en fonction des poudres utilisées et des éventuels traitements thermomécaniques appliqués. Sauf précisions, les poudres sont frittées 4h à 100MPa. De par la nature du procédé HIP, les vitesses de montée en température varient entre 5 et 20°C/minute. Tous les échantillons présentés ici ont une densité relative supérieure à 99%.

Tableau 16 : Propriétés en traction de différents TA6V mis en forme par HIP.

Réf	Conditions	Limite d'élasticité à 0,2% (MPa)	Résistance maximale (MPa)	Allongement à la rupture
	PREP – 925°C	861	937	17%
	PREP – 955°C + revenu	882	944	15%
	REP – 955°C + revenu	820	889	14%
	REP – 955°C + revenu + mise en solution	1034	1130	9%
⁵	REP – 925°C + laminé(955°C, 75%) – Sens travers	958	992	12%
	REP – 950°C + laminé(950°C, 60%) + mise en solution	924	1041	15%
	REP – 915°C + forgé(950°C, 56%) + mise en solution	1000	1062	14%
	PREP - 880°C	925 à 931	989 à 998	9 à 11%
	PREP - 930°C	899 à 904	970 à 972	18 à 21%
⁶⁷	PREP - 1020°C (microstructure lamellaire)	836 à 840	970 à 972	10 à 12%
⁶⁸	925°C – 200MPa – 3h	880	962	10,5%
	GA – 880°C	841 à 842	910 à 914	17 à 19%
	GA – 930°C	835	901	17%
⁶⁹	GA – 980°C	829	907	14%
	PA – 930°C	826	898	16%
	PA – 980°C	812	897	14%

Le frittage des poudres de TA6V est très généralement réalisé dans le domaine $\alpha+\beta$. De façon globale, les propriétés mécaniques obtenues pour les poudres PREP sont plus

élevées que pour les poudres obtenues par d'autres procédés. Les allongements à rupture sont plus importants lorsque les températures de frittage sont plus importantes. Des traitements de mise en solution post-HIP semblent augmenter les résistances mécaniques.

SPS (Spark-Plasma-Sintering)

Le Tableau 17 regroupe des propriétés en traction enregistrées pour des alliages de TA6V mis en forme par SPS. Tous les échantillons présentés ici ont une densité relative supérieure à 99%.

Tableau 17 : Propriétés en traction de différents alliages TA6V mis en forme par SPS.

Réf	Conditions	Limite d'élasticité à 0,2% (MPa)	Résistance maximale (MPa)	Allongement à la rupture
70	GA – 850°C – 60MPa – 50°C/min – 5'	990	1045	12,8%
	GA – 900°C – 60MPa – 50°C/min – 5'	984	1038	13,4%
	GA – 950°C – 60MPa – 50°C/min – 5'	949	1005	14,7%
	GA – 1000°C – 60MPa – 50°C/min – 5'	914	991	18,2%
	GA – 1050°C – 60MPa – 50°C/min – 5' (microstructure lamellaire)	882	980	10,3%
	GA – 1100°C – 60MPa – 50°C/min – 5' (microstructure lamellaire)	850	981	9,8%
	GA – 1150°C – 60MPa – 50°C/min – 5' (microstructure lamellaire)	850	978	6,3%
71	GA – 950°C – 45MPa – 100°C/min (50°C/min de 900 à 950°C) – 5'	841	907	13%
72	PA – 1050°C – 1,7MPa puis 50MPa au palier – 100°C/min – 5'	-	901	13,9%

Molinari et Zadra⁷⁰ font varier les températures de frittage de 850 à 1150°C. Ils ne précisent pas comment est mesurée la température mais on peut déduire qu'elle correspond à une température proche de celle du corps granulaire. En effet, à partir de 1050°C, une microstructure lamellaire est observée alors que ce n'est pas le cas pour le frittage à 1000°C (et $T_{\beta} = 1000^{\circ}\text{C}$). La résistance la plus élevée est atteinte pour une température de frittage la plus faible mais la plus grande ductilité est enregistrée pour la température la plus élevée avant T_{β} . Au-delà, les propriétés en traction décroissent.

Nerio⁷¹ enregistre des valeurs de résistance qui sont inférieures de 100MPa aux travaux précédents mais avec un allongement à rupture proche.

2.3.7. Autres propriétés mécaniques

La structure lamellaire accroît la résistance au fluage du fait de l'absence de séparation des éléments d'alliage ("alloy element partitioning effect")⁴⁸ et la ténacité du fait d'un chemin de propagation de fissure plus tortueux qui diminue la vitesse de propagation des fissures. Cela ne se traduit pas forcément par un gain en durée de vie en fatigue oligocyclique ou vibratoire. En effet, la dégradation par fatigue débute par l'amorçage de fissures, qui est souvent localisé à l'interface α/β dans les structures lamellaires. Finalement, il est possible de résumer l'effet de la microstructure sur les propriétés mécaniques. Une augmentation de la taille des grains conduit à :

- une diminution de la résistance mécanique (effet Hall-Petch⁴⁵)
- une diminution de la ductilité du fait de l'empilement d'un nombre plus important de dislocations (très grande concentration de contrainte en tête d'empilement favorable à la microfissuration) et d'autant plus que ces empilements s'appuient sur l'interface α/β relativement fragile
- une diminution de la ténacité due au fait que la propagation de la fissure est moins perturbée par un nombre plus faible d'interfaces α/β ⁴⁸
- une diminution de la tenue en fatigue pour les mêmes raisons que la ténacité⁴⁸
- une augmentation de la résistance au fluage : cette propriété est régie par la phase α (qui a un coefficient d'autodiffusion 1000 fois plus faible que celui de la phase β) et les vitesses de fluage, notamment dans le régime stationnaire, sont inversement proportionnelles à la taille de grains de la phase α .

3. Le Frittage

3.1. Définition

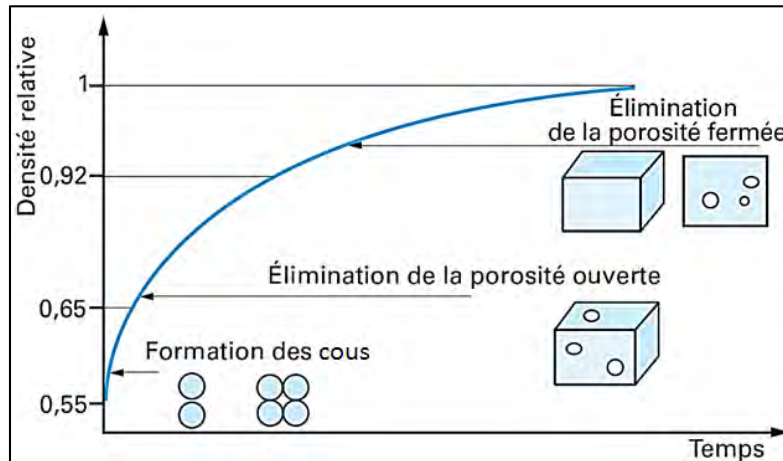
Le frittage peut être défini comme l'action de la température accompagnée éventuellement d'une pression sur la transformation d'un matériau pulvérulent vers un matériau massif plus dense, sans passage par la fusion complète d'au moins un des constituants.

3.2. Le frittage naturel

Il existe plusieurs mécanismes possibles de mouvement de matière permettant l'élimination de la porosité. Parmi les plus connus on peut citer, la diffusion atomique par le volume ou aux joints de grains, l'écoulement visqueux, la déformation plastique,

le réarrangement de grains et le transport gazeux. La force motrice du frittage naturel (sans application de pression) est principalement l'énergie de surface engendrée par la courbure des grains en contact qui est fortement diminuée au cours du frittage par la coalescence progressive de ces grains.

La densification du matériau de départ se fait généralement en trois étapes (voir Figure 28).



Au départ l'activation des cinétiques de frittage au contact entre granules permet la formation de cous. Un squelette est ainsi formé et une certaine tenue mécanique existe. Cette étape ne diminue que très peu la porosité du matériau et pour de nombreuses applications comme la fabrication de briques ou de tuiles cette étape peut suffire. Puis dans une deuxième étape, le matériau poreux obtenu voit sa porosité ouverte (pores intercommunicants) diminuer complètement et il ne reste que la porosité fermée localisée aux jonctions entre granules. Dans une troisième étape, la porosité fermée est quasi complètement éliminée. Ce type de frittage est très long. Il nécessite par exemple un temps d'environ 72h pour densifier complètement une poudre d'alumine micrométrique.

3.3. Le frittage sous charge

Lorsqu'en plus du cycle thermique, une pression extérieure est appliquée au matériau, il est question de frittage sous charge. Dans ce cas, les granules sont sollicités mécaniquement et le taux de densification est fortement accéléré par des phénomènes de diffusion ou de déformation plastique. Les cycles de frittage sont de quelques heures.

3.4. Le frittage assisté par courant électrique

Les premiers brevets sur l'utilisation d'un courant pour fritter une poudre datent de 1906 et ont été déposés par Bloxam^{74,75}. Depuis, de nombreuses techniques basées sur l'utilisation du courant ont été développées. En 1966, Inoue dépose deux brevets sur le frittage à arc^{76,77} (spark sintering ; utilisation d'un courant alternatif basse fréquence ou d'un courant alternatif haute fréquence unidirectionnelle et/ou un courant continu pulsé), qui inspira le développement des méthodes de frittage par courant électrique pulsé (PECS pour Pulsed Electric Current Sintering) : PAS (Plasma Assisted Sintering)⁷⁸, SPS (Spark Plasma Sintering), et P²C (Plasma Pressure Compaction)⁷⁹.

3.5. Le frittage SPS

3.5.1. Principe et intérêt⁸⁰

Le SPS est une technique de frittage utilisant un courant électrique de forte intensité (plusieurs centaines voire milliers d'ampères) et de faible tension (quelques volts) comme méthode de chauffage. Ce courant est généralement continu et pulsé. Il est transmis par le biais d'électrodes qui font également office de pistons et permettent l'application d'une pression uniaxiale. Le courant passe par le moule dans lequel est contenu l'échantillon. Si ce dernier est conducteur, alors le courant pourra également passer à travers cet échantillon. Un schéma de la colonne SPS est présenté Figure 29. L'effet Joule et la conduction thermique sont responsables de l'élévation de température et peuvent ainsi engendrer des montées en température très rapides (jusqu'à 1000°C/min). Cela permet d'avoir des cycles de frittage réduits (quelques minutes) qui autorisent des conservations des tailles des éléments microstructuraux du matériau initial.

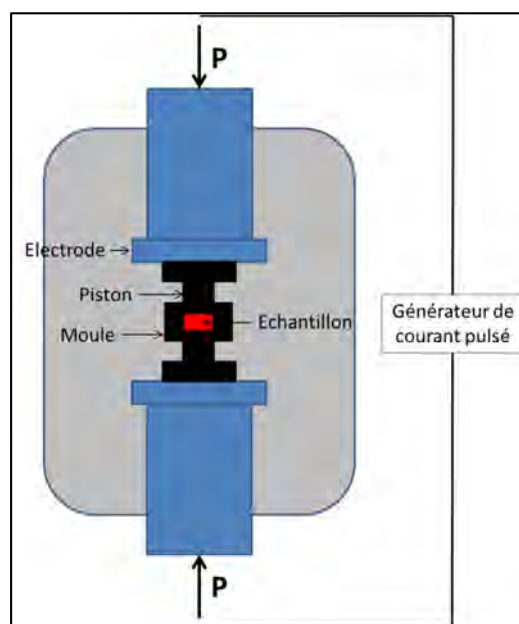


Figure 29 : Schéma de principe de fonctionnement du SPS.

Des phénomènes physiques de nature thermique et de nature athermique⁸¹ sont supposés avoir lieu dans le SPS. Ces phénomènes sont décrits ci-après.

Thermique :

- Vitesse de chauffage très rapide censée améliorer la "frittabilité" des matériaux
- Forts gradients de température locaux qui engendrent de la thermodiffusion
- Grandes distributions locales (échelle des granules) de température provoquant des fusions locales aux points de contacts entre granules
- Grandes distributions macroscopiques (échelle de température qui provoquent des contraintes thermiques qui augmentent le fluage par mouvement de dislocations

Athermique :

- Electromigration et diffusion dans les conducteurs ioniques
- Mécanismes d'électroplasticité
- Forces pondéromotrices (forces non linéaires qu'une particule chargée subit dans un champ électromagnétique oscillant inhomogène)
- Effet pinch (pincement ou striction due à une impulsion électromagnétique)
- Claquage diélectrique des films d'oxydes (activation des surfaces) et création de défauts aux joints de grains

3.5.2. Controverses sur les phénomènes et mécanismes impliquées

Le SPS fut développée avec l'idée de la création d'un plasma qui faciliterait le frittage et rendrait possible la mise en forme de nouveaux matériaux. L'existence de plasma suite aux étincelles produites dans l'échantillon est grandement remise en cause bien que des auteurs aient prouvé leur existence de façon directe ou indirecte. En effet, Yanagisawa et al.⁸² ont montré la présence d'arcs électriques observés par microscopie optique sur un empilement de granules de cuivre. Ils précisent que les arcs électriques sont présents lorsque la densité de courant est suffisamment élevée par rapport à la pression appliquée. Autrement dit, la présence d'arc électrique et de plasma aurait lieu dans le stade initial du cycle. Ces arcs viendraient briser la couche d'oxyde présente à la surface des granules et favoriseraient ainsi le frittage en initiant un cou. Une autre étude portant sur de l'aluminium évoque également ce phénomène¹¹ et attribue la génération des "trous" dans la couche d'oxyde en surface à la présence d'arcs électriques. Kun et al.⁸ attestent également de la présence d'étincelles durant le frittage d'une poudre d'acier. Marder et al.⁸³ attribuent les observations par MEB de LiF solidifié lors d'un frittage SPS avec seulement 2MPa de pression à la présence d'un plasma.

D'autres auteurs proposent l'existence de points chauds au niveau des contacts entre les granules. En effet, la densité de courant serait beaucoup plus élevée à ces endroits du fait de la très faible surface de matière permettant le passage du courant. Ainsi, Song et al.⁸⁴ précisent que ces points chauds font vaporiser et fondre la matière localement et dans une cinétique très rapide créant ainsi des cous. Ces points chauds atteindraient la température de 3000°C, au-delà de la température d'ébullition du cuivre ($\approx 2580^\circ\text{C}$). Un mécanisme associé à ce phénomène a été proposé par Tokita⁸⁵ (voir Figure 30). La génération de plasma viendrait nettoyer les surfaces des poudres et activer le frittage en accélérant les transferts de matière au niveau des cous¹¹.

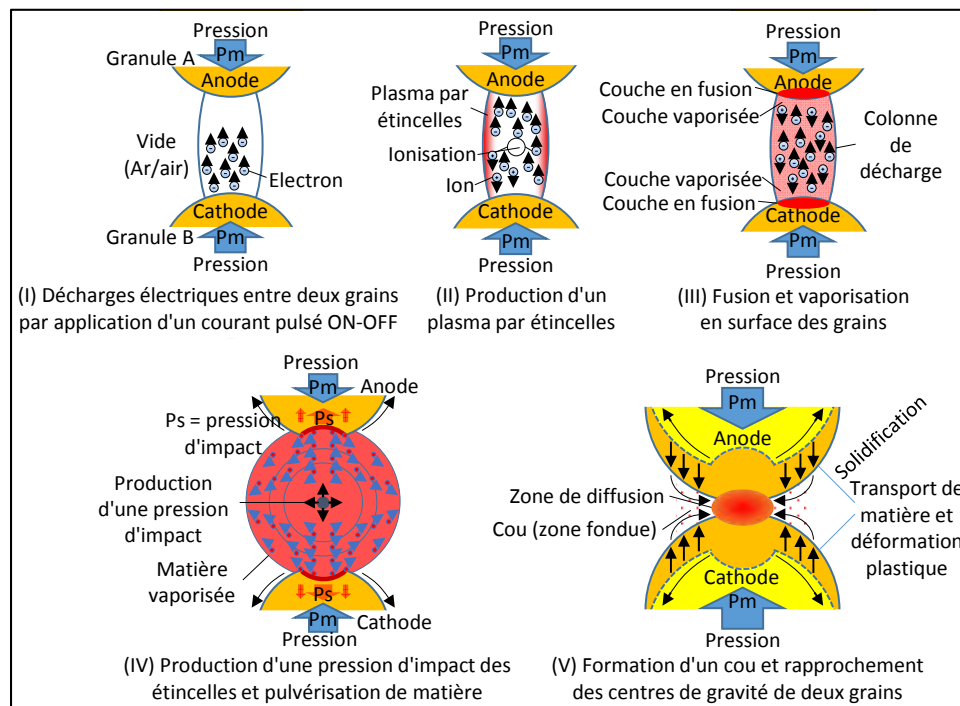


Figure 30 : Description du mécanisme de création des cous entre granules intervenant dans le SPS selon Tokita⁸⁶.

D'autres effets sont avancés pour expliquer les mécanismes impliqués. Le phénomène d'électromigration a été proposé par Olevsky et Froyen⁸⁷. Bertolino et al.⁸⁸ observent ce phénomène sur un système empilé d'Al-Au-Al sous 500°C et avec passage de courant. En augmentant la densité de courant, des phases intermétalliques se forment en deux fois moins de temps (le maximum de Au_5Al_2 se forme en 4h au lieu de 8h). Friedman et al.⁸⁹ observent un comportement similaire avec un empilement de Zn-Ag-Zn. Pour un même empilement, Trzaska et Monchoux⁹⁰ n'observent aucun effet du courant sur un empilement de disque de Zn-Ag-Zn au sein d'un outillage SPS. Frei et al.⁹¹ observent une augmentation de la croissance des cous lorsqu'un courant électrique est appliqué entre une plaque et des sphères de cuivre chauffées par rapport à ce même montage sans passage de courant. Ils attribuent la croissance des cous à l'électromigration. Dans

d'autres travaux publiés plus tard, Olevsky et Froyen⁸⁷ introduisent la thermodiffusion (effet du gradient de température sur le transport de matière). Les gradients de température existant dans les cous favoriseraient la diffusion de la matière dans des domaines de températures élevés (au-delà de 1150°C pour l'alumine)⁸¹. Gurt-Santanach et al.⁹² observent des mécanismes de densification de l'alumine par déformation plastique et montée de dislocations à des températures inhabituellement rencontrés dans les gammes de températures étudiées (900 -1000°C).

Munir et al.¹⁰ réfutent l'idée de la présence de plasma et attribuent la raison de la rapide densification des matériaux majoritairement à l'effet Joule. Dobedoe et al.⁹ parlent d'erreurs sur la température réelle de la poudre lors du frittage SPS. En effet, la température est généralement mesurée par un thermocouple placé dans la matrice de l'outillage ou un pyromètre qui mesure la température en surface de l'outillage et donc la température réelle de la poudre est inconnue. Lorsqu'ils effectuent un frittage conventionnel aux températures estimées dans le SPS par le calcul, les massifs présentent des microstructures similaires. Cependant, Brouillet et al.⁹³ invoquent les capacités du SPS à fritter à basse température comme raison principale à son utilisation pour conserver les propriétés des nanocristaux d'apatites de calcium phosphate. Une température plus élevée modifierait ces propriétés et prouverait par là même, les conclusions de Dobedoe et al. Hulbert et al.⁹⁴ ont publié une étude sur l'absence de plasma dans le SPS suivie d'une nouvelle publication allant dans le même sens⁹⁵. Granger et al.⁹⁶ ont comparé le frittage d'une poudre de zircone par SPS et par frittage haute-pression (HP) : le frittage semble similaire dans les deux cas hormis une conductivité ionique supérieure de la zircone frittée par SPS. Aux joints de grains, des "cicatrices" sont présentes et expliquent la conductivité améliorée, ce qui témoigne également de mécanismes de densification différents. Enfin, il a été montré que la présence d'un courant ou d'un champ électrique peut augmenter le taux de déformation de différents matériaux (électroplasticité)⁹⁷⁻⁹⁹.

D'un point de vue plus macroscopique, les répartitions de température ont été étudiées. Zavaliangos et al.¹⁰⁰ ont mesuré la température au plus proche de l'échantillon. Celle-ci se révèle être plus élevée que la température de contrôle (mesurée proche de la surface de la matrice). Ils attribuent cela aux résistances de contacts qui existent entre les pistons et l'échantillon et ces résultats abondent dans le sens de l'erreur de mesure démontrée par Dobedoe et al.⁹. Dans leurs travaux, Vanmeensel et al.¹⁰¹ mettent en avant les hétérogénéités de température dans un matériau isolant et dans un matériau conducteur

lors du frittage SPS. Dans un matériau isolant, le chauffage se fait par conduction thermique. Cette conduction n'arrive pas de façon concentrique en partant des parois du moule vers le centre mais a une forme plus complexe. Les résistances de contacts entre le piston et les faces de la pastille sont prépondérantes et induisent un chauffage qui se fait par les faces supérieures et inférieures de l'échantillon. Dans un matériau conducteur, le chauffage se fait par effet Joule et un gradient de température concentrique se forme, avec le centre de la pastille qui est plus chaud (voir Figure 31). La distribution de température est plus grande dans un matériau conducteur que dans un matériau isolant.

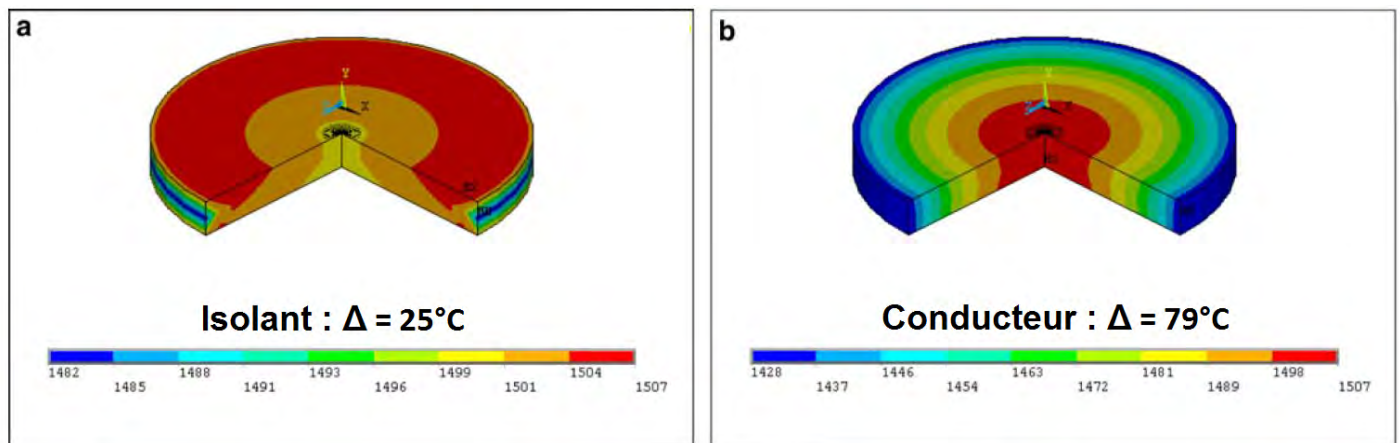


Figure 31 : Distribution de la température pour un matériau isolant a) ZrO₂ et un matériau conducteur b) TiN adapté de¹⁰¹.

3.5.3. Frittage SPS de titane et d'alliages de titane

Eriksson et al.¹⁰² ont étudié le frittage SPS d'une poudre de titane de forme irrégulière à 0,2% massique d'oxygène. Des échantillons complètement denses sont obtenus pour une température de 800°C sans palier et même à 750°C avec une vitesse de montée à 200°C/min et une pression de 50MPa. Cependant, pour des pressions appliquées inférieures à 20MPa, la densification n'est pas totale et ce, même jusqu'à 950°C. En observant un changement de pente de la courbe de densification lorsque la température de consigne de 730°C est atteinte, et en associant ce changement de pente au transus du titane à 882°C, les auteurs estiment un écart de température de l'ordre de 150°C entre la température de consigne et le corps granulaire lorsqu'une vitesse de montée de 200°C/min est appliquée avec une pression de 50MPa. Ces résultats sont cohérents avec les résultats mentionnés dans la partie précédente. Concernant les aspects d'arcs électriques, les auteurs concluent qu'aucune preuve de leur présence n'est observée en modifiant les séquences de pulses. Aucune preuve de fusion aux points de contacts n'est observée par microscopie électronique à balayage. Cependant, la température à laquelle la vitesse de retrait est maximum pendant le frittage SPS et la température à laquelle la vitesse de déformation en fluage est maximum pendant un essai de compression sur

matériau dense correspondent. Ils concluent ainsi que la déformation plastique des granules est la cause majeure du retrait observé dans le frittage SPS de la poudre de titane. Les auteurs ont réalisé des comparaisons avec le frittage HP en termes de microstructures, de températures de frittage et de taux de compression. Des microstructures proches entre les échantillons obtenus par SPS et HP leurs permettent de conclure qu'un mécanisme de déformation similaire a lieu lors de la densification. Cependant, dans des conditions identiques (en prenant en compte l'écart de température), ils réussissent à obtenir des échantillons parfaitement denses en dessous de T_{β} (882°C dans ce cas) avec le frittage SPS, ce qui n'est pas possible avec le frittage HP. De plus, et toujours dans des conditions similaires, des essais de compressions par SPS et HP révèlent des taux de compression respectivement de 25,5% et 6% (pour 30MPa). Ainsi, un effet du courant électrique ou de champ électrique est clairement présent. Aucun enrichissement en oxygène n'a pu être mis en évidence.

Shon et al.¹⁰³ obtiennent des massifs denses de titane à partir de poudres de formes irrégulières par SPS à 850°C et 30MPa de pression avec 10min de palier. Avec le frittage HP, un palier de 60min est nécessaire. Les auteurs n'indiquent pas de vitesse de montée en température ni la façon dont ils mesurent la température. Il est donc probable que la température atteinte par la poudre lors du frittage SPS soit plus importante, ce qui explique le temps de frittage réduit. Les propriétés en traction enregistrées pour des pièces de densité très proches (>99,5%) sont similaires mais légèrement meilleures dans le cas du frittage SPS (voir Tableau 18).

Tableau 18 : Propriétés en traction d'un titane commercialement pur fritté par SPS sous argon hydrogéné¹⁰³.

	Poudre	Limite d'élasticité à 0,2% (MPa)	Résistance maximale (MPa)	Allongement à la rupture
SPS	<43µm	612	858	1,7%
	<74µm	496	776	3,9%
	<147µm	373	676	5,2%
HP	<43µm	672	833	1,3%
	<74µm	498	759	3,1%
	<147µm	404	659	4,9%

L'utilisation par les auteurs d'une poudre plus fine conduit à l'augmentation de la résistance mécanique du massif mais se fait au détriment de l'allongement à la rupture. Ils attribuent cela à l'augmentation de la proportion des éléments interstitiels (carbone, oxygène et azote) dans le massif due au frittage, augmentation qui est accrue par la plus grande réactivité d'une poudre plus fine de par sa surface spécifique plus importante. Il

est à noter que le frittage est réalisé sous argon hydrogéné, ce qui explique cet enrichissement.

Zadra et al.¹⁰⁴ ont étudié le frittage SPS de poudres de titane constituées de granules de formes sphériques (GA, Ti-grade 1) et de poudres de titane constituées de granules de formes irrégulières et contenant plus d'éléments interstitiels (Ti-grade 3). Les températures mentionnées concernent la température du corps granulaire. Pour les deux poudres, avec une pression de 60MPa, une densité relative de 99% est atteinte à 800°C et 100% à 950°C. Les auteurs ne précisent cependant pas la vitesse de montée en température. D'un point de vue microstructural, une évolution très faible de la taille de grains est mesurée entre 750 et 900°C pour le titane sphérique. Au-delà, une augmentation soudaine de la taille des grains est mesurée. Cela est dû à la plus faible densité de la maille β par rapport à la maille α , ce qui favorise la diffusion¹⁰⁵. Un phénomène similaire est observé pour le titane irrégulier mais aux plus hautes températures. En effet, les éléments interstitiels augmentent T_β . L'augmentation de la taille des grains est moins marquée pour le titane irrégulier de fait de la plus importante proportion d'oxygène qui inhibe la croissance. Aucune augmentation des proportions d'oxygène, d'azote et de carbone n'est mesurée quelle que soit la température de frittage ou la poudre utilisée. Le titane grade 1 présente une résistance mécanique plus faible mais un allongement à rupture plus important que le titane grade 3 (voir Tableau 19).

Tableau 19 : Propriétés en traction de titane grade 1 et grade 3 fritté par SPS à 900°C¹⁰⁴.

Poudre	% massique oxygène (après frittage)	Limite d'élasticité à 0,2% (MPa)	Résistance maximale (MPa)	Allongement à la rupture
Sphérique (grade 1), <45µm	0,13%	340	445	40%
Irrégulière (grade 3), <45µm	0,31%	590	720	18%

L'observation des faciès révèle la présence de cupules typiques d'une rupture ductile pour les deux poudres frittées à 900°C mais les auteurs relèvent également la présence de quasi clivage pour la poudre de titane grade 3. Au-delà de cette température, les cupules sont toujours présentes mais accompagnées de zones "déchirées" pour le grade 1 alors qu'une morphologie de rupture lamellaire est visible pour le grade 3.

Chaudhari et al.¹⁰⁶ ont étudié le frittage du titane grade 2. Ils prétendent qu'une vitesse de montée en température plus lente (25°C/min à partir de 600°C jusque 1300°C au lieu de 100°C/min) permet d'obtenir un massif plus dense (100% au lieu de 99%) Eriksson et al.¹⁰² avaient quant à eux montré qu'un écart n'est observable qu'à partir d'une vitesse

de 200°C/min. Les auteurs attribuent la meilleure densification au temps supplémentaire utilisé par la diffusion lors du frittage. D'un point de vue microstructural, les auteurs relèvent une hétérogénéité radiale. A cause d'une vitesse de refroidissement plus rapide sur les bords de la pastille, une microstructure lamellaire plus fine est observée. Aucun gradient de température. Au centre, la microstructure est plus épaisse. Les auteurs n'évaluent cependant pas de gradient de température. Ils remarquent également un enrichissement en carbone dû à l'outillage en graphite.

Matsugi et al.¹⁰⁷ ont étudié les répartitions de température au sein d'un échantillon dense de titane pur de 10mm de diamètre et de 10mm de hauteur. Ils ont mis en évidence des écarts de températures de l'ordre de 20°C entre le cœur de l'échantillon et à 2mm de son bord dans la matrice. Un gradient de l'ordre de 25°C est également présent entre le cœur et le haut de l'échantillon.

Weston et al.¹⁰⁸ ont étudié le frittage SPS de différentes poudres de titane pur et de TA6V. Ils concluent que les paramètres les plus importants pour atteindre la densification sont la pression appliquée et la température. La pression doit être la plus élevée possible. Le frittage doit se faire au-dessus de T_β pour obtenir facilement une pièce de titane pur dense. Cependant, la pièce obtenue pourra alors éventuellement nécessiter un traitement thermomécanique ultérieur si la microstructure lamellaire qui découle de frittage dans le domaine β n'est pas souhaitée. Dans le cas du TA6V, le dépassement de T_β ne semble pas avoir d'effet prépondérant sur la densification. L'augmentation de la vitesse de montée en température apparaît comme étant neutre quant à la densification. Cependant, c'est un paramètre important à prendre en considération car il offre la possibilité de réduire les temps de cycle totaux. De plus, il a un effet non négligeable sur la taille des grains β pour les poudres irrégulières. Ainsi, pour une température de frittage supérieure à T_β , une vitesse de montée plus rapide (de 25 à 100°C/min) va multiplier par 3 cette taille alors qu'une augmentation du temps de palier de 10 à 30 min aura un effet négligeable (voir Figure 32). Ce résultat peut paraître surprenant car au final le matériau passe moins de temps aux hautes températures avec une vitesse de montée plus rapide. Cependant, les auteurs expliquent ce phénomène par le fait que les granules ne passent pas par les stades initiaux "classiques" du frittage (création de cous et d'un réseau de pores interconnectés limitant la croissance de grains). L'augmentation rapide de la température rend les granules très mous rapidement et permet à la pression de les déformer. La porosité est alors rapidement réduite et la croissance des grains peut avoir lieu. Pour les poudres sphériques, l'augmentation de la vitesse de montée en température

a un effet nettement moins marqué sur la taille des grains. L'augmentation du temps de palier a un faible effet sur la taille des grains mais plus important que dans le cas des poudres irrégulières.

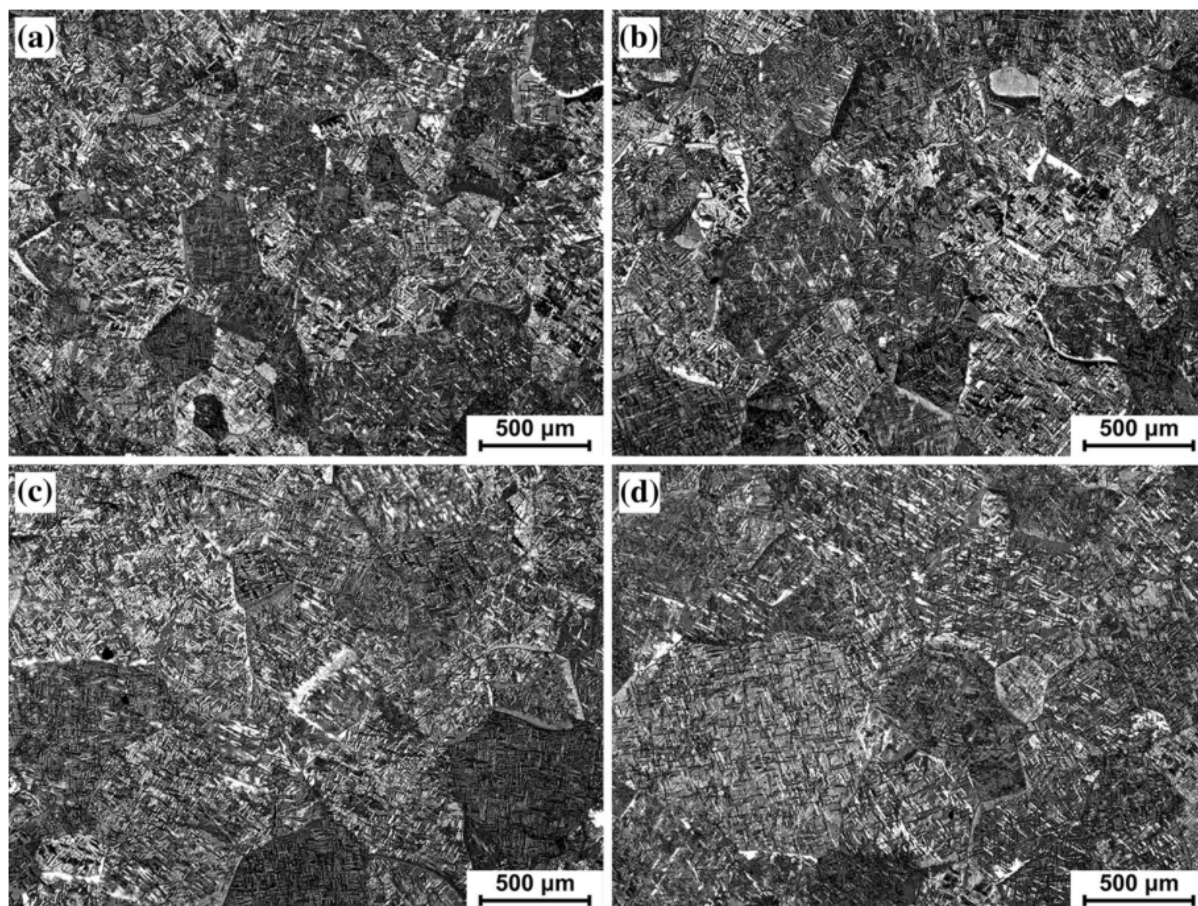


Figure 32 : Observation par microscopie optique des microstructures d'un TA6V obtenu par SPS à partir d'une poudre de forme irrégulière, sous différentes vitesses de montée et différents temps de palier. a) 25°C/min-10min, b) 25°C/min-30min, c) 100°C/min-10min, d) 100°C/min-30min.

Un résultat des travaux concerne le frittage de 5kg de poudre de TA6V. La pièce finale mesure 250mm de diamètre obtenue à 1200°C pendant 30 min avec 22MPa de pression appliquée et une rampe de montée en température de 25°C/min (voir Figure 33).

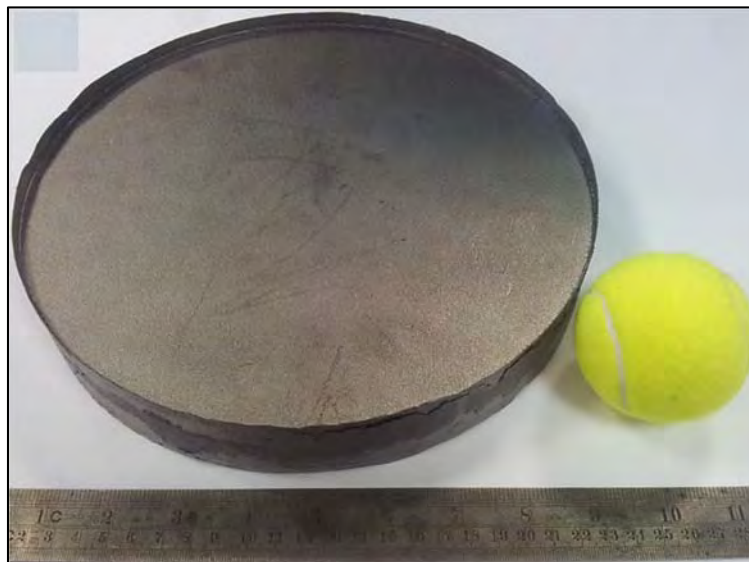


Figure 33 : TA6V fritté par SPS à 1200°C¹⁰⁸.

Les auteurs précisent qu'une microstructure radiale homogène est obtenue. C'est effectivement le cas pour les largeurs des lamelles mais il convient d'être plus critique pour les tailles des ex-grains β (voir Figure 34).

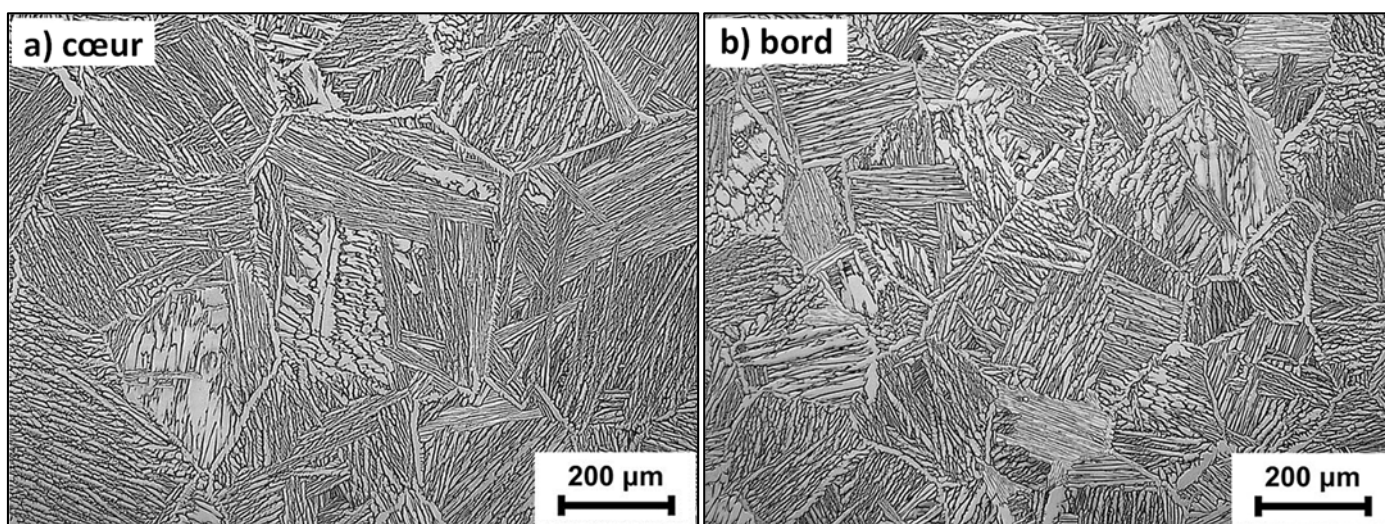


Figure 34 : Microstructure a) à cœur ; b) au bord de la pastille de TA6V de 250mm¹⁰⁸.

En effet, la taille des ex-grains β diminue de 343 à 219μm en moyenne du centre vers le bord sur les images proposées par les auteurs. Ces valeurs ne sont évidemment pas absolues car obtenues sur un nombre très faible d'ex-grains β . La faisabilité industrielle est sans conteste démontrée : la taille des pièces en SPS est limitée par la machine (outillage, puissance mécanique et électrique, taille des électrodes, taille de l'enceinte). Les auteurs proposent des applications directes comme les ressorts de soupapes de voiture ou des pièces d'assemblage de train d'atterrissage.

Lu et al.⁷² ont étudié les mécanismes associés au frittage SPS de poudre de TA6V (poudre PA). Le cycle de frittage consiste en une montée jusqu'à 1050°C à 100°C/min sous une pression de 1,7MPa qui est rapidement augmentée jusqu'à 50MPa à 1100°C. Elle est

maintenue jusqu'à la fin de palier. Grâce à des essais interrompus à diverses températures, ils mettent en avant 4 étapes. Une première étape est attribuée au réarrangement des granules. Les granules ne sont quasiment pas déformés. "L'activation" et "l'érosion électrique" des granules sont également évoquées sans donner plus de précisions sur ces termes. Cependant, les auteurs partent du postulat que des arcs électriques ont lieu dans les premiers instants du frittage. Les termes précédents font donc probablement allusion au "décapage" de la couche d'oxyde présente en surface des granules. Une seconde étape de connexion de granules (création de cous) a ensuite lieu. Ils attribuent la possibilité de ce phénomène au ramollissement des granules du fait de l'augmentation de la température. Les points de contacts sont transformés en surfaces de contact et les cous sont d'autant plus gros que la température augmente. Les faciès de rupture étant de type fragile, les auteurs évoquent des liaisons métalliques établies mais pas de frittage à proprement parler. Une troisième étape de croissance des cous a lieu. Les formes des granules deviennent moins sphériques et des cupules sont observables sur les faciès. Une quatrième étape de déformation plastique permet de densifier complètement la pièce.

Crosby et al.¹⁰⁹ ont étudié l'effet de l'affinement de poudre. Une poudre nanostructurée de TA6V obtenue par broyage est densifiée par SPS. Il apparaît que la température de début de frittage est abaissée de 620 à 340°C et qu'un massif dense à 100% est obtenu à seulement 740°C contre 860°C pour la poudre commerciale (à 50MPa et 100°C/min). Les auteurs prétendent que ce résultat est la conséquence de deux phénomènes. D'une part, la réduction des tailles de granules permet de diminuer la distance de diffusion entre les zones de contact et les zones de cous. D'autre part, la diminution des tailles de cristallite (nanométrique) va augmenter la proportion des joints de grains au sein de chaque granule et donc augmenter le flux de diffusion atomique depuis le cœur des granules vers la zone de cous.

4. Conclusions

L'affinité élevée du titane avec les éléments interstitiels peut avoir un impact non seulement sur les propriétés mécaniques des pièces mises en forme par frittage mais également avoir une influence négative sur la frittabilité de la poudre. Les transformations microstructurales qui sont liées à l'histoire thermomécanique subie par les pièces permettront d'avoir une connaissance de la genèse des microstructures par frittage. Le diagramme TRC du TA6V donne également la vitesse de refroidissement critique de la formation de la martensite (570°C/min). Il conviendra d'être attentif au refroidissement après les essais de frittage SPS. De plus, la microstructure de la poudre initiale étant martensitique (voir section 1.2 du Chapitre 2), il convient de réaliser des paliers en température d'au moins 1min afin de s'assurer de la transformation complète de la martensite. Les données de la littérature concernant les propriétés en traction d'alliages de TA6V mis en forme par différents procédés permettront de situer les propriétés en traction qui seront enregistrées sur les pièces mises en forme par SPS. La controverse sur les phénomènes mis en jeu lors du frittage SPS fait ressortir le caractère encore trop méconnu du procédé. Une étude des phénomènes spécifiques au frittage du TA6V peut sembler intéressante à mener. Quoiqu'il en soit, les différents auteurs utilisant le SPS pour la mise en forme de titane ou d'alliages de titane rapportent des temps de frittage plus courts par rapport aux autres procédés de frittage et des propriétés mécaniques supérieures. Le frittage SPS du TA6V semble aussi efficace dans le domaine $\alpha+\beta$ que dans le domaine β , ce qui permet un ajustement du type de microstructure souhaitée en fonction de la propriété à optimiser. Dans le cas des essais de traction, une microstructure de type traitée dans le domaine $\alpha+\beta$, est désirée. Il faudra déterminer le domaine de température de contrôle équivalent car les différents auteurs ayant étudié le frittage SPS de titane et d'alliages de titane rapportent des différences de température entre le corps granulaire et la température de consigne. Des microstructures homogènes ont été observées pour le frittage SPS de TA6V jusqu'à des dimensions de 250mm.

Chapitre 2. Matériau et techniques expérimentales

Contenu

1. Matériau de l'étude	75
1.1. Méthode de production	75
1.2. Caractérisation	75
2. Elaboration des échantillons de l'étude.....	78
2.1. Appareil et paramètres de frittage	78
2.2. Outillages utilisés	79
2.3. Protocoles de préparation au frittage.....	83
3. Techniques de caractérisation.....	84
3.1. Détermination de T_β	84
3.2. Mesure de densité	84
3.3. Préparation des différents types de pièces.....	85
3.4. Métallographie.....	86
3.5. Microscopie électronique à balayage	86
3.6. Caractérisation de textures locales par diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD)	87
3.7. Analyse de phases cristallographiques.....	87
3.8. Mesures de contraintes résiduelles	89
3.9. Microtomographie	94
3.10. Essais de traction.....	95
3.11. Calculs d'incertitudes	96

1. Matériau de l'étude

1.1. Méthode de production

La poudre préalliée utilisée dans cette étude est fournie par la société Aubert & Duval. Elle est obtenue par Plasma Rotating Electrode Process (PREP). La technique consiste à chauffer jusqu'à fusion, grâce à une torche plasma, une électrode de TA6V placée en rotation dans une atmosphère d'argon. La matière fondue est éjectée de l'électrode, par effet centrifuge, sous forme de gouttelettes qui se solidifient de façon extrêmement rapide. Des granules de poudre de TA6V sont ainsi produits. Un schéma de principe de la technique et une photographie de l'éjection de gouttelettes de métal sont présentés sur la Figure 35.

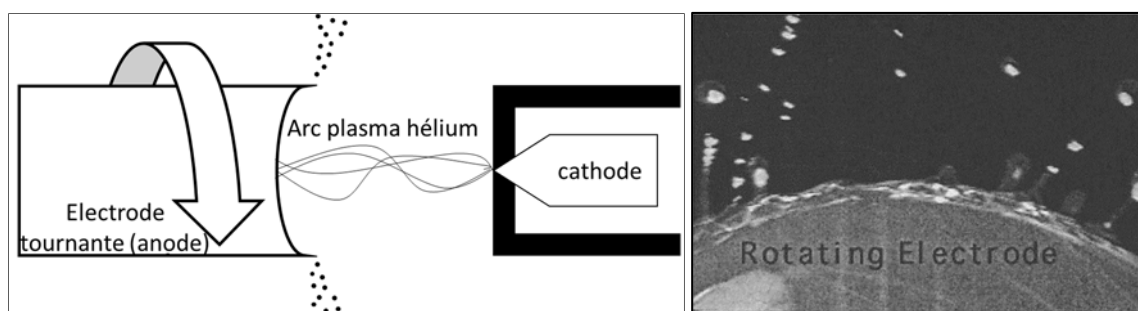


Figure 35 : A gauche, schéma de principe du PREP ; à droite, photo de la formation de gouttelettes de métal lors du PREP¹¹⁰.

Ce type de poudre est très intéressant pour l'étude car il permet de répondre à plusieurs critères. Premièrement, aucune pollution chimique n'est présente car il n'y a aucun contact avec les composants de la machine tant que la matière est chaude^{110,111}. Deuxièmement, les granules sont quasiment tous sphériques et sans porosité^{23,110,111} (voir Figure 36). Enfin, la poudre a une très bonne coulabilité apparente, ce qui assure un bon remplissage des outillages, facilitant d'autant plus le frittage de pièces près des cotes^{110,111}.

1.2. Caractérisation

La composition chimique de l'alliage de l'étude a été déterminée par la société TIMET. Elle est donnée dans le Tableau 20. Les teneurs en éléments métalliques ont été obtenues par spectrométrie d'émission plasma. Les teneurs en oxygène et en azote sont obtenues par fusion sous gaz inerte puis dosage par infrarouge pour l'oxygène et mesure de conductibilité thermique pour l'azote. Enfin, la teneur en carbone est obtenue par combustion et mesure d'absorption infrarouge. La composition est en bonne adéquation avec la norme AIMS 03-18-007 (norme Airbus).

Tableau 20 : Composition chimique de l'alliage de l'étude.

Elément	Al	V	Fe	O	C	N	Ti
%massique	6,12	4,06	0,19	0,16	0,013	0,003	Base

La température de transus β (notée T_β) a été extrapolée de résultats d'analyse thermique différentielle (ATD ; voir section 3.1) et est de $994 \pm 5^\circ\text{C}$. A partir de la composition donnée dans le Tableau 20 et de la relation (i.e. l'Équation 2) donnée dans la section 2.1.1 du 0, une valeur de T_β de 988°C est calculée. Ces deux valeurs sont très proches, une grande confiance peut donc être accordée à l'analyse de la composition chimique.

La morphologie des granules est observée au MEB. Sur la Figure 36, une très grande majorité des granules présente une sphéricité quasi parfaite. Les granules présentent néanmoins systématiquement une face plus aplatie. Ce phénomène est lié au premier contact avec les parois de la machine après éjection du granule. Quelques granules difformes sont également présents en faible proportion (voir flèches en rouge). Sur la Figure 36 de droite, les contours des ex-grains- β sont visibles.

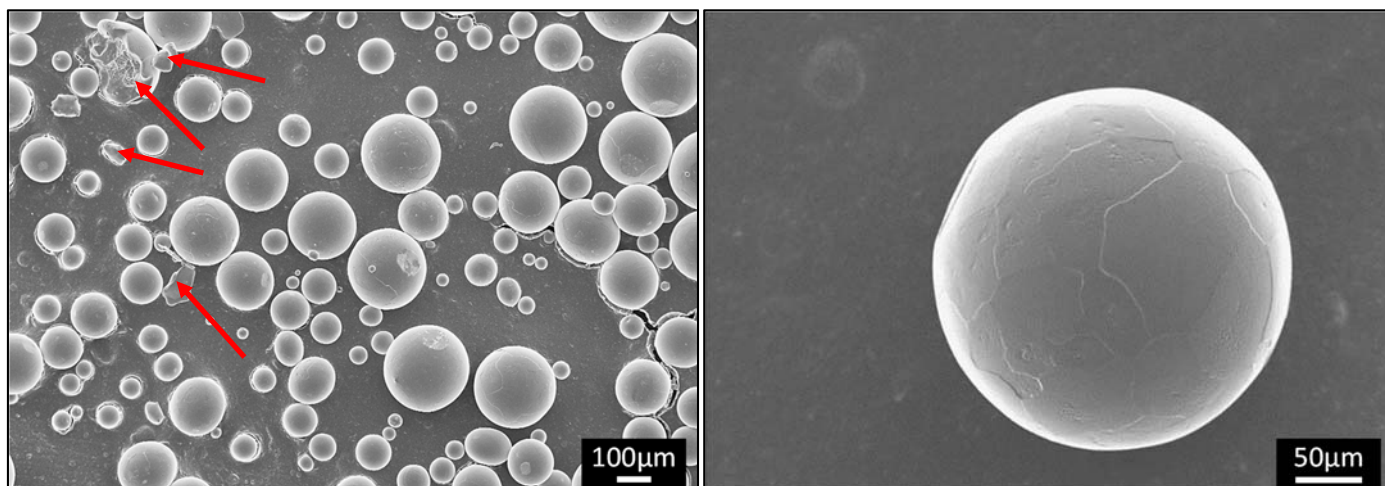


Figure 36 : Poudre de réception observée au MEB.

La distribution des diamètres de granules a été obtenue par granulométrie laser avec un appareil Mastersizer 3000 situé au Laboratoire de Génie Chimique de Toulouse. Elle s'étend de 40 à $400\mu\text{m}$ (voir Figure 37) et est bimodale. Une première taille moyenne de granules de $58\mu\text{m}$ avec un écart-type de $14\mu\text{m}$ est visible et une seconde d'une taille moyenne de $192\mu\text{m}$ et un écart-type de $57\mu\text{m}$.

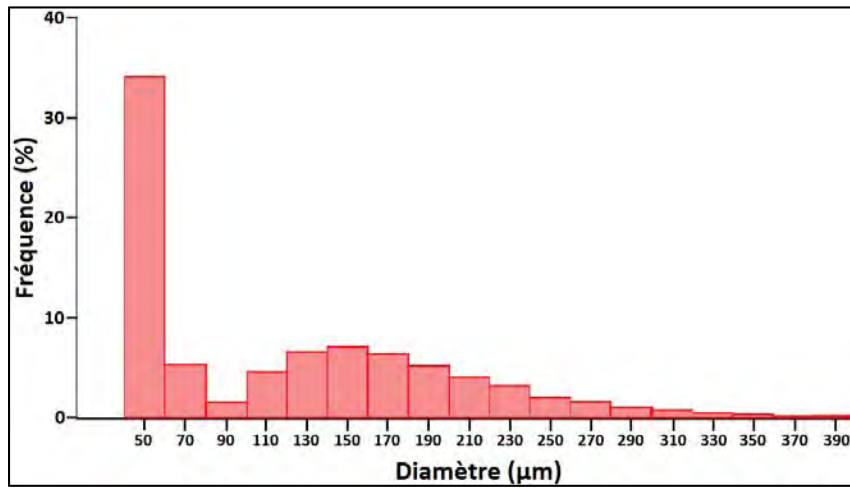


Figure 37 : Distribution granulométrique de la poudre.

Le refroidissement extrêmement rapide des granules produit par PREP engendre la microstructure martensitique classique du TA6V (voir Figure 38). Ce constat est renforcé par l'absence de pics de la phase β sur le diffractogramme de la Figure 39^{62,112-114}. La taille moyenne des ex-grains β est déterminée par mesure sur les granules. Elle est d'environ 55 μm . Cette taille est relativement faible, ce qui témoigne d'une cinétique de refroidissement des granules depuis le domaine β très rapide.

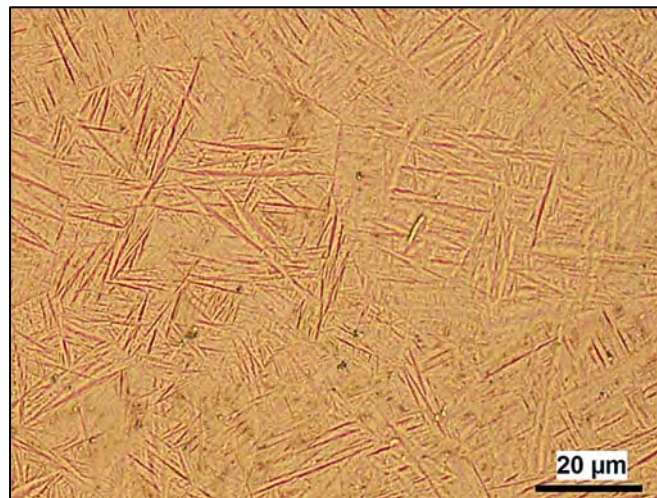


Figure 38 : Structure martensitique d'un granule de poudre observé en microscopie optique.

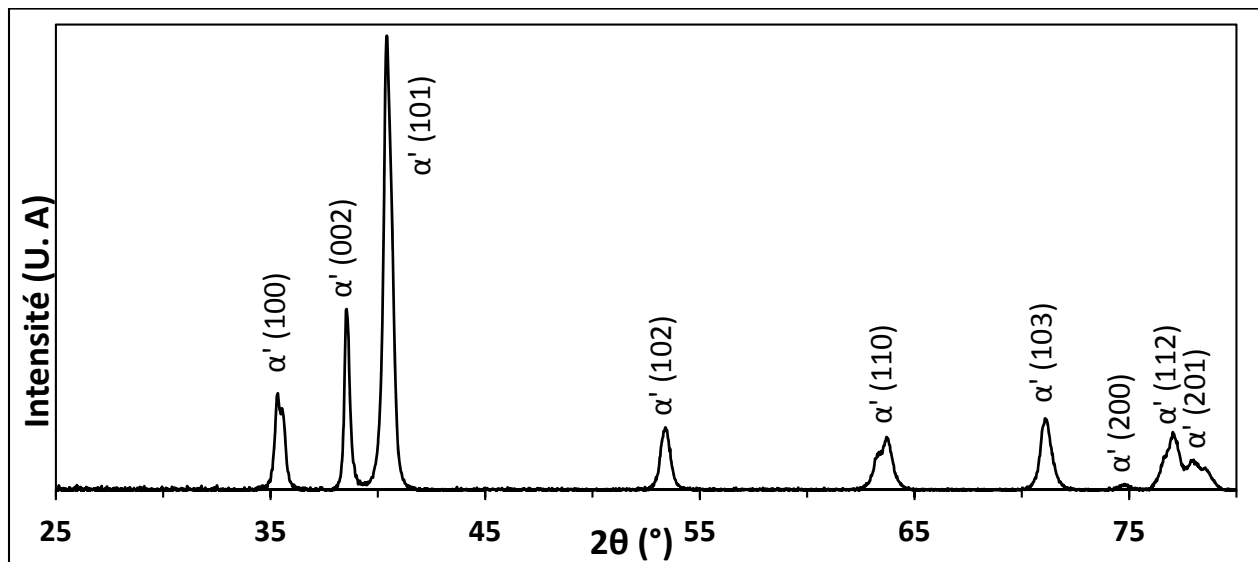


Figure 39 : Diffractogramme de la poudre initiale.

2. Elaboration des échantillons de l'étude

2.1. Appareil et paramètres de frittage

L'ensemble des matériaux étudiés dans cette thèse a été élaboré par "Spark Plasma sintering" (SPS). L'appareil utilisé est une machine de type Dr.Sinter 2080 de la société japonaise Sumitomo Coal Mining Co. Elle est située à la plateforme nationale de frittage flash (PNF2) localisée à l'université Toulouse III Paul Sabatier. Cet appareil permet d'appliquer une charge allant jusqu'à 200kN et de délivrer un courant DC pulsé maximal de 8000A. Conformément aux préconisations du constructeur japonais, la séquence de pulses choisie est la suivante : 12 pulses de 3,3ms de durée chacun et 2 temps morts de 3,3ms de durée chacun. Les valeurs moyennes du courant délivrés par le générateur et de la tension à la sortie de celui-ci, de la température de consigne en surface de l'outillage, de la force appliquée, de déplacement de l'électrode mobile et de la pression dans la chambre sont enregistrées tout au long du cycle thermique dans des fichiers.

Plusieurs paramètres sont ajustables :

- La pression appliquée (par le biais du chargement et du choix de la géométrie de l'outillage)
- Le moment d'application de la pression
- La température de palier
- Le temps de palier
- La vitesse de montée et de descente en température et en pression
- L'atmosphère de la chambre (Ar, N₂, air ou vide <10Pa)
- Les séquences des pulses de courant

Dans cette étude, les paramètres suivants ont été fixés :

- La vitesse de montée est de 100°C/min
- Le refroidissement est libre
- L'enceinte est mise sous vide (lors du refroidissement, l'enceinte est remise à la pression atmosphérique par injection d'argon quand la température est inférieure à 300°C)
- Séquence de pulses : 12/2 ON/OFF

Les autres paramètres ont été étudiés et sont détaillés ci-dessous :

- La pression appliquée (0, 25 ou 100MPa)
- Le moment d'application de la pression : il est noté P_{fr} pour pression à froid et P_{ch} pour pression à chaud. P_{fr} signifie que la pression est appliquée avant la montée en température. P_{ch} signifie que la pression est appliquée lors de la première minute du palier en température
- La température de palier : de 650 à 950°C
- Le temps de palier : de 3 à 20minutes.

Afin de réguler la température lors du frittage, il est possible d'utiliser un pyromètre ou un thermocouple. Dans cette étude, le contrôle de la température se fait par un thermocouple de type K placé dans un trou à 3mm de la surface de la matrice. La précision de la mesure de température est de 0,1°C. Le déplacement enregistré par la machine a une précision de 1µm.

2.2. Outillages utilisés

Des outillages en graphite (Nuance 2333) et en carbure de tungstène dopé à 6,5% au cobalt (noté WC-Co) ont été fournis respectivement par les sociétés Mersen et Pedersen. Les propriétés électriques et thermiques de ces matériaux ainsi que celles du TA6V sont reportées sur les graphes de la Figure 40 et la Figure 41.

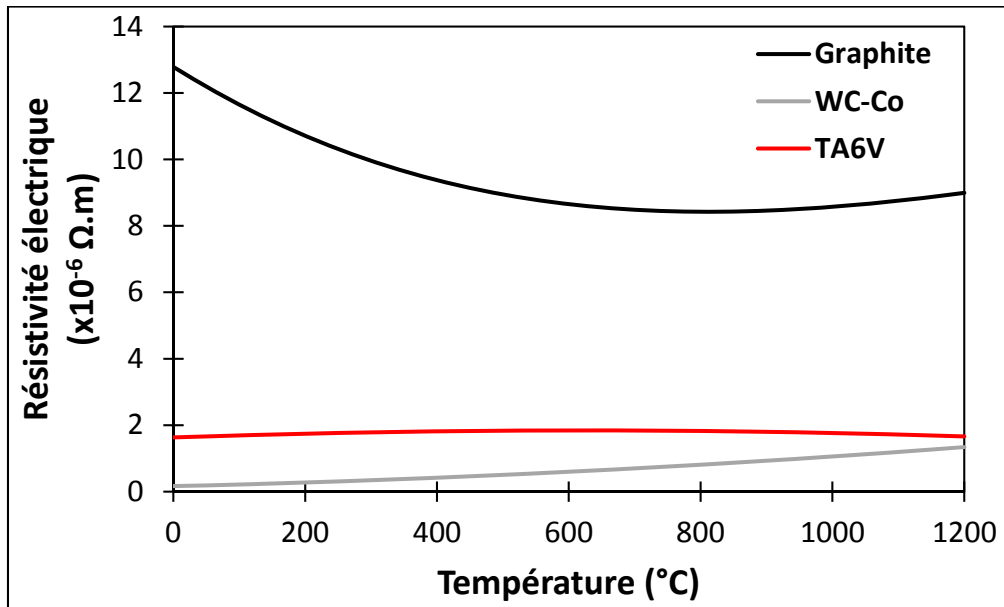


Figure 40 : Résistivité électrique du graphite, du WC-Co et du TA6V en fonction de la température.^{6,115}

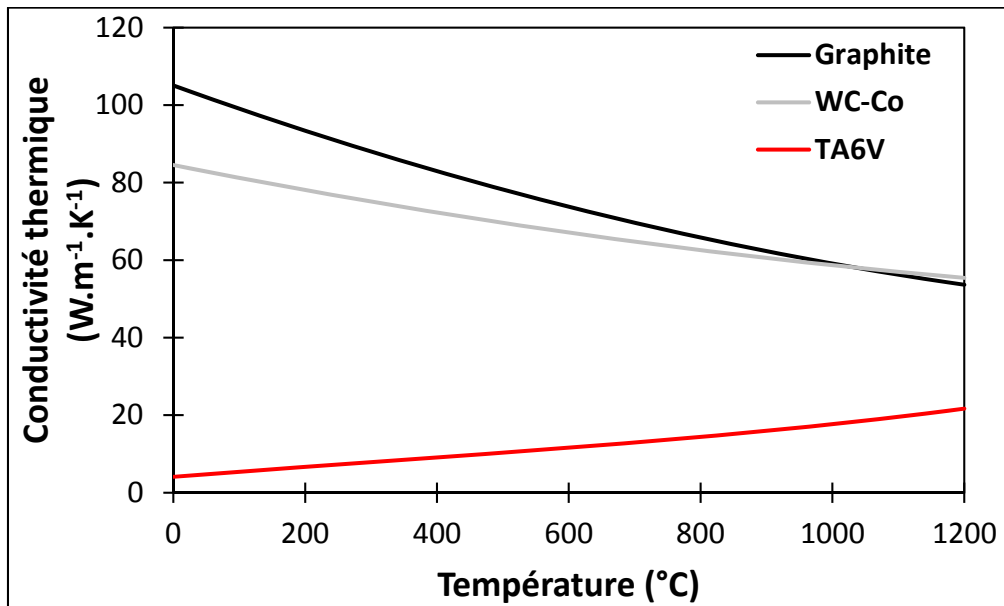


Figure 41 : Conductivité thermique du graphite, du WC-Co et du TA6V en fonction de la température.^{6,116}

Ces outillages ont des limites d'utilisation en température et en pression : 2200°C, 150MPa pour l'outillage en graphite et 800°C, 2GPa pour l'outillage en WC-Co.

Les géométries d'outillages spécifiques utilisés dans cette étude sont décrites dans les sections 2.2.1 à 3.5.3.

2.2.1. Pastilleuses

Des outillages de type pastilleuses en graphite et en WC-Co ont été utilisés. Les différents éléments de la pastilleuse sont deux pistons et la matrice (diamètre interne de 8,4mm). Un trou de 3mm de profondeur situé au centre de la matrice permet d'insérer le thermocouple de régulation (conception habituelle de la PNF2, voir Figure 42).

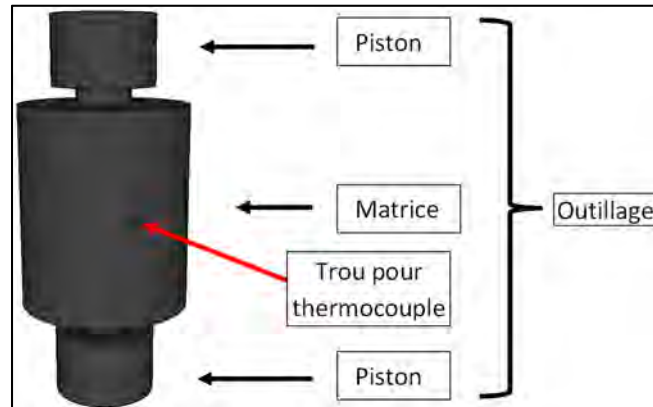


Figure 42 : Schéma d'un outillage pastilleuse et description des différents éléments.

Une quantité de 900mg de poudre est introduite afin que les pastilles denses aient une hauteur de 4mm pour des diamètres de 8mm.

2.2.2. Pavés arrondis

Deux matrices en WC-Co ont été spécialement conçues pour le transfert d'échelle et sont représentées en Figure 43. Elles ont deux faces différentes : la première face possède un trou d'une profondeur de 3mm. La seconde face possède trois trous traversant qui permettent de contrôler l'homogénéité de la température le long du pavé lors du frittage en insérant un thermocouple jusqu'au contact du papyex.

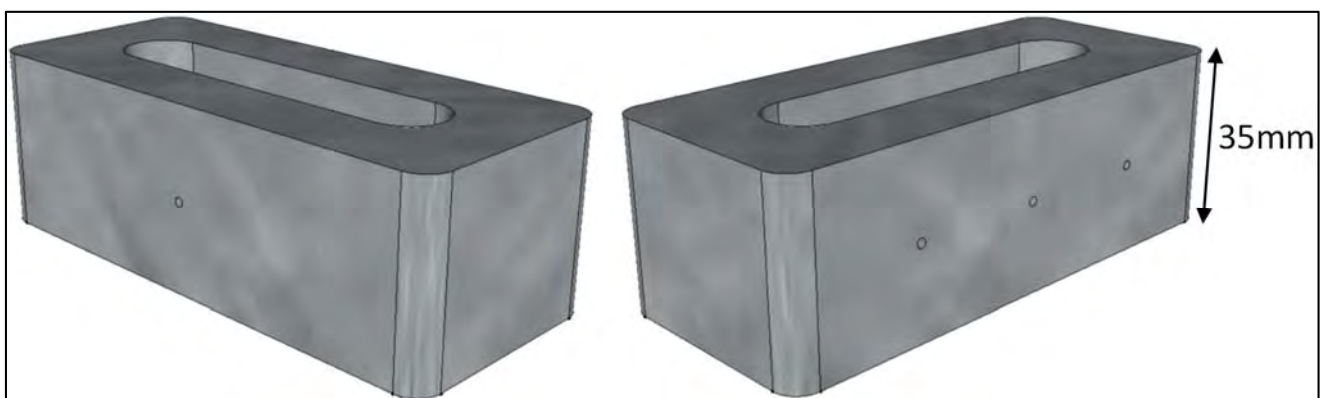


Figure 43 : Schéma des matrices en WC-Co utilisées pour l'élaboration des pavés arrondis. A gauche, vue du côté ayant un trou d'une profondeur de 3mm. A droite, vue du côté ayant trois trous traversant.

Ces matrices sont complétées par deux pistons formant l'outillage pavé arrondi au complet. Un schéma est présenté en Figure 44a. Des épaisseurs finales de 8,5mm (avec 42g de poudre) et 10mm (avec 49g de poudre) sont visées. Les pavés arrondis ont les dimensions précisées sur la Figure 44b.

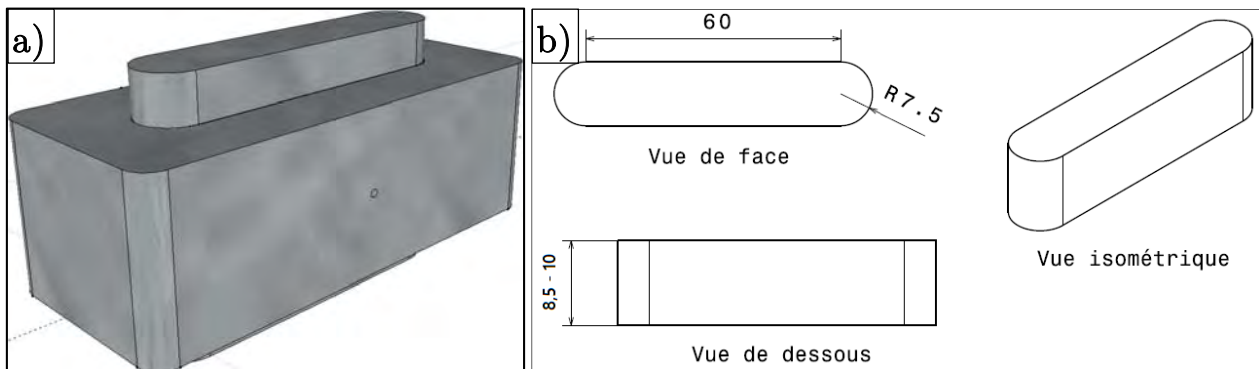


Figure 44 : a) schéma des outillages pavés arrondis ; b) schéma des pavés arrondis (valeurs en mm).

2.2.3. Près des cotes (PDC)

Deux matrices en WC-Co ont été utilisées pour réaliser des échantillons PDC (voir Figure 45a). Elles sont complétées par deux pistons en graphite pour former l'outillage (voir Figure 45b). Cette forme est choisie afin d'être en mesure de mener des essais de traction directement après mise en forme.

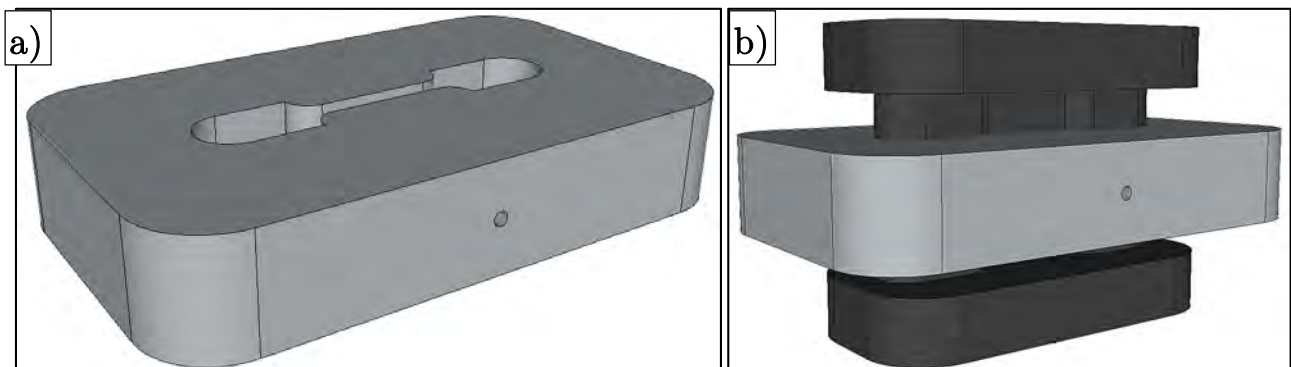


Figure 45 : a) Schéma des matrices en WC-Co des outillages PDC ; b) Schéma des outillages PDC.

Des épaisseurs finales de 2mm sont visées (3,2g de poudre). Les éprouvettes ont les dimensions précisées en Figure 46.

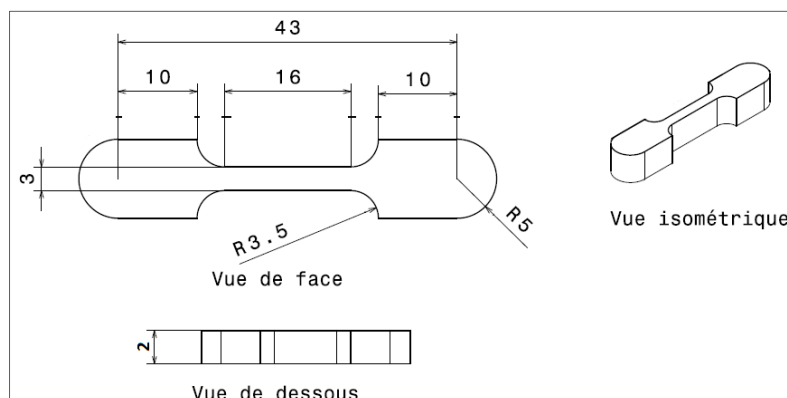


Figure 46 : Schéma descriptif des éprouvettes près-des-cotes (valeurs en mm).

2.3. Protocoles de préparation au frittage

Pour les outillages pastilleuses et pavés arrondis, une feuille de papier graphite (papyex®Mersen) de 0,2mm d'épaisseur est insérée dans les matrices contre les parois internes. En se déformant, elle permet un ajustement précis des différents éléments de l'outillage et du corps granulaire. De plus, elles facilitent le démoulage de la pièce après frittage. Pour le cas de l'outillage PDC, la pose de papyex est rendue délicate du fait de la géométrie plus complexe. Il est donc remplacé par un dépôt de graphite par l'intermédiaire d'un spray pulvérisé sur les parois internes de la matrice. Ce dépôt de graphite est ensuite séché à l'air pendant 5 à 6 minutes.

Suite aux opérations décrites précédemment et quel que soit l'outillage considéré, un premier piston est mis en place et une feuille de papyex est insérée sur sa face interne (deux dans le cas de l'outillage pavé arrondi). La quantité de poudre nécessaire est pesée, insérée dans l'outillage puis égalisée en hauteur afin que celle-ci soit autant que possible homogène sur toute la pièce. Une nouvelle feuille de papyex (deux pour le l'outillage pavé arrondi) est alors placée sur le lit de poudre pour fermer le contact avec le second piston. L'outillage est ensuite placé dans la chambre du SPS. Le schéma de la Figure 47 montre la colonne de frittage dans son ensemble ainsi qu'une vue en coupe d'un outillage pastilleuse. Le frittage se fait donc en matrice flottante.

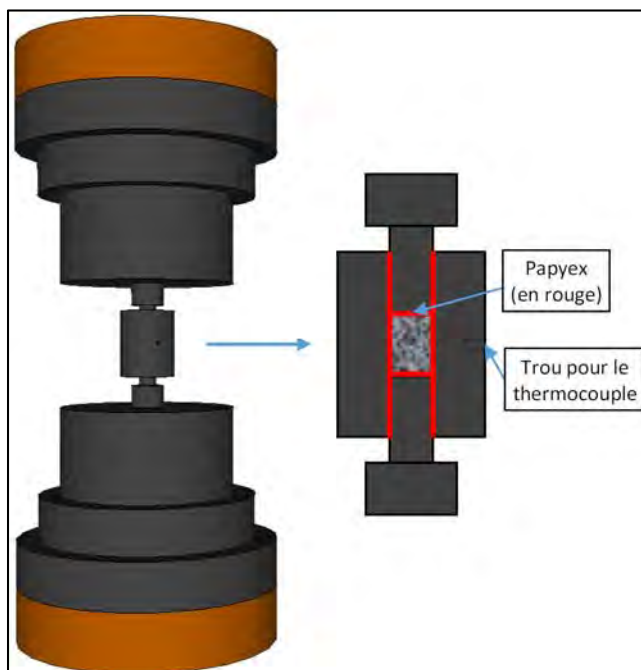


Figure 47 : A gauche, schéma de la colonne de frittage avec l'outillage pastilleuse ; à droite, vue en coupe de la pastilleuse.

Suite au frittage, les pièces sont démoulées et le papyex résiduel est retiré manuellement par polissage. Leurs densités sont mesurées suivant le protocole décrit dans la section 3.2.

3. Techniques de caractérisation

3.1. Détermination de T_β

T_β est déterminé indirectement à partir d'analyses thermiques différentielles. La méthode consiste à chauffer le matériau à différentes vitesses de chauffage constantes (ici, 15°C/min, 25°C/min et 50°C/min) et déterminer la plage de température de fin du pic endothermique associé à T_β . T_β augmente lorsque la vitesse de chauffage augmente. En déterminant donc plusieurs plages de T_β en fonction des vitesses de chauffage, il est possible, par régression linéaire, d'obtenir T_β pour une vitesse de chauffage virtuelle de 0°C/min. Les plages de température de fin du pic endothermique associé à T_β obtenues pour chaque vitesse de chauffage sont reportées sur le graphe de la Figure 48.

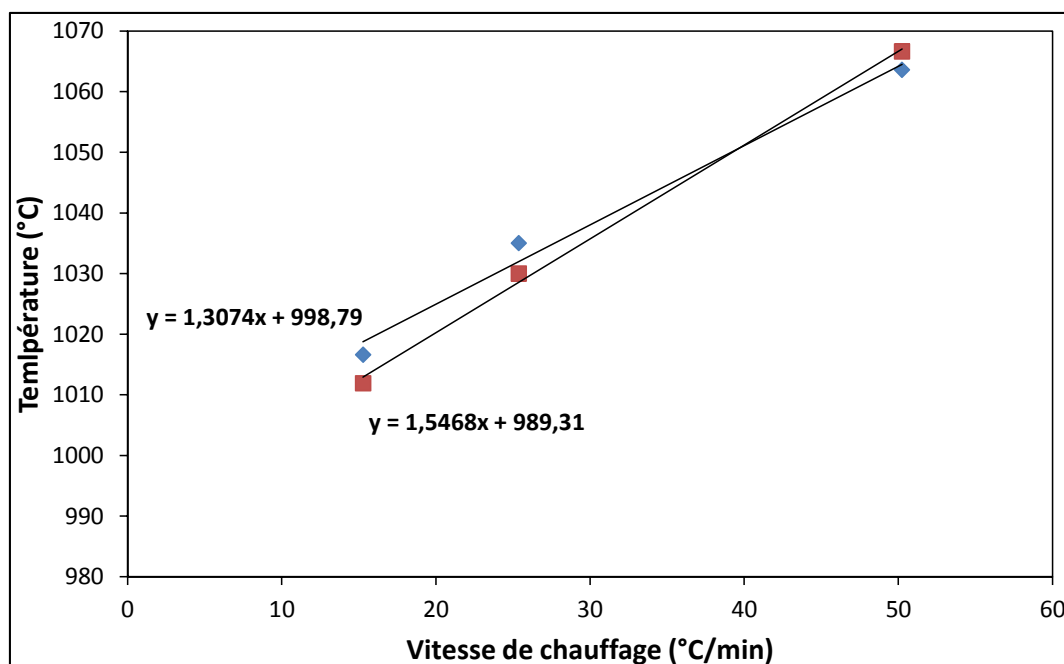


Figure 48 : Plages de température de fin du pic endothermique associé à T_β obtenues pour des vitesses de chauffage de 15°C/min, 25°C/min et 50°C/min.

T_β est déterminée comme la température moyenne de l'ordonnée à l'origine, soit 994°C. L'étendue de cette valeur est donc de 5°C.

3.2. Mesure de densité

La mesure de la densité des pièces est réalisée de deux façons différentes. Une première méthode consiste à l'estimer au plus juste en pesant la pièce et en calculant le volume par une série de mesure de ses dimensions (épaisseur, diamètre, longueur etc...) au pied à coulisse. Si la densité est inférieure à 92% de la densité théorique (seuil théorique de la fermeture de la porosité ouverte), alors cette valeur est retenue bien que peu précise (erreur d'au moins 1%). Lorsque la densité relative est supérieure à 92%, alors la seconde méthode dite d'Archimède est appliquée. Elle consiste à peser la pièce dans l'air puis

dans l'eau distillée. La relation de l'Équation 5 permet alors d'obtenir la masse volumique de la pièce.

$$\rho = \frac{m_{air} \times \rho_{eau}^T}{m_{air} - m_{eau}} \quad \text{Équation 5}$$

avec : m_{air} , la masse de la pièce pesée dans l'air (en g); m_{eau} , la masse de la pièce pesée dans l'eau (en g); ρ_{eau}^T , la masse volumique de l'eau à la température de la mesure (en g.cm⁻³).

Une balance KERN ARJ 220-4m est utilisée pour les pesées. L'Équation 5 est résolue par la balance et la valeur de la densité de la pièce est donc directement obtenue. Pour chaque échantillon, 4 à 5 mesures sont réalisées et la moyenne de ces valeurs est retenue. La densification relative (exprimé en %) est ensuite obtenue en divisant la masse volumique moyenne à la masse volumique théorique du TA6V (4,43g.cm⁻³)¹¹⁷.

Après l'obtention de leurs densités, les différents types de pièces subissent les préparations qui suivent.

3.3. Préparation des différents types de pièces

Les pastilles sont coupées en deux en leur milieu au moyen d'une micro-tronçonneuse afin d'obtenir deux demi-lunes (voir Figure 49). Une demi-lune de chaque pastille est ensuite enrobée dans une résine pour permettre le polissage et l'observation de la coupe de la pastille par microscopie optique ou électronique à balayage. Cela permet d'observer la microstructure dans l'épaisseur de la pastille et sur tout son diamètre. L'homogénéité de la microstructure peut ainsi être vérifiée. L'autre demi-lune est utilisée pour la diffraction des rayons X (notée DRX).

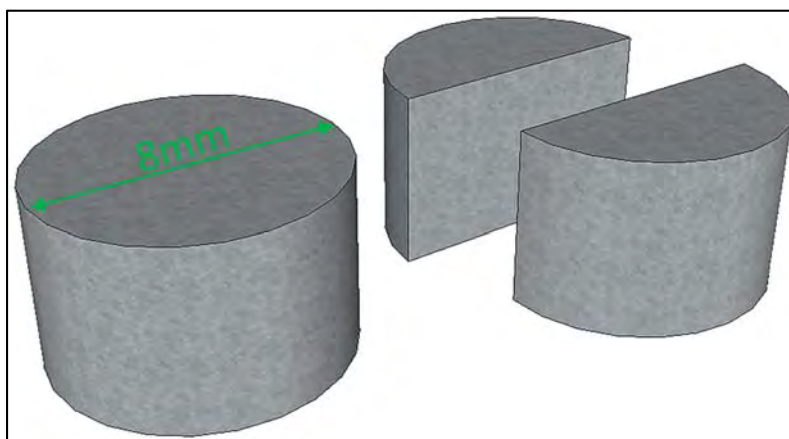


Figure 49 : A gauche : pastille obtenue après frittage SPS; à droite : demi-lunes obtenues à partir de la pastille frittée et servant aux observations en coupe et pour la DRX.

Les pavés arrondis sont usinés par électroérosion par la société Précision Midi-Pyrénées afin d'extraire des éprouvettes de traction. L'emplacement de ces éprouvettes dans

l'épaisseur du pavé arrondi est noté et une nouvelle mesure de densité est effectuée sur chaque éprouvette.

Les éprouvettes PDC subissent un usinage à la meule par la société Outillage et mécanique de précision afin de retirer une épaisseur de 400µm qui est affectée par une pollution au carbone, épaisseur qui est retirée des quatre faces de la zone utile (cf. section 3.2.1 du Chapitre 5).

Toutes les éprouvettes de traction suivent ensuite la préparation de surface suivante : un léger polissage manuel de toutes les faces de la zone utile de chaque éprouvette est effectué au papier SiC 1200 afin de retirer les zones affectées thermiquement. Puis, les deux faces des éprouvettes sont intégralement préparées suivant le protocole décrit dans la partie 3.4 afin de permettre l'observation microstructurale. Cette analyse sera complétée par une observation post-mortem d'une coupe de la zone utile après essais de traction (hors de la zone de striction).

3.4. Métallographie

Les échantillons sont polis sur papier SiC du grade 600 jusqu'au grade 2400. Ils sont terminés sur un feutre lubrifié avec une solution de suspension de silice colloïdale et d'eau oxygénée (respectivement 70mL, 30mL). Entre chaque type de papier, l'échantillon est placé 30 s aux ultrasons dans de l'eau distillée afin d'éliminer les résidus de polissage.

La microstructure est ensuite révélée par une attaque chimique au réactif de Kroll (3mL d'acide fluorhydrique, 5mL d'acide nitrique et 92mL d'eau distillée) d'une durée d'environ au moins 10s (cette durée peut être augmentée afin d'avoir le meilleur contraste possible).

Enfin, un microscope optique NIKON Eclipse MA200 situé au CIRIMAT/ENSIACET est utilisé pour les observations.

Les tailles des ex-grains β , des lamelles et des grains équiaxes de phase α sont mesurées manuellement sur une centaine de grains à partir d'images obtenues par microscopie optique de différentes zones de l'échantillon.

3.5. Microscopie électronique à balayage

Un appareil conventionnel de type LEO435VP situé au CIRIMAT/ENSIACET, couplé à un analyseur EDX a été utilisé pour observer la poudre fournie, les faciès de rupture après les essais de traction ainsi que les cous en formation au premier stade du frittage. La source d'électrons est un filament de tungstène. La tension d'accélération utilisée est de 15kV.

3.6. Caractérisation de textures locales par diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD)

Afin de caractériser une éventuelle texturation locale induite par le frittage, des cartographies d'orientations ont été acquises à l'aide de la diffraction des électrons rétrodiffusés (Electron Back-Scattered Diffraction en anglais ou EBSD). Un MEB JSM-7100TTLS couplé à un système EBSD HKL situé au Centre de microcaractérisation Raimond Castaing à Toulouse a été utilisé dans les conditions d'acquisitions suivantes : grandissement x1000, tension 15keV, distance de travail 15,4mm, courant de sonde 9,85A, pas de déplacement 0,2µm et binning caméra de 4x4. Les mesures ont été réalisées par Mme Claudie Josse (IR-CNRS).

3.7. Analyse de phases cristallographiques

Les structures cristallines diffractent élastiquement un faisceau de rayons X. On considère une famille de plan réticulaires $\{hkl\}$, équidistants de d_{hkl} et un faisceau incident de rayons X monochromatique de longueur d'onde λ (de même ordre de grandeur que la distance interatomique) formant l'angle θ avec chacun des plans de la famille. Le faisceau incident est diffracté si l'angle d'incidence θ obéit à la loi de Bragg qui est :

$$2d_{hkl} \sin(\theta_{hkl}) = n\lambda \quad \text{Équation 6}$$

avec : n , un nombre strictement entier positif ; θ en degrés, d_{hkl} et λ dans la même unité de longueur (usuellement en Å).

Une représentation schématique de la loi de Bragg est reportée à la Figure 50.

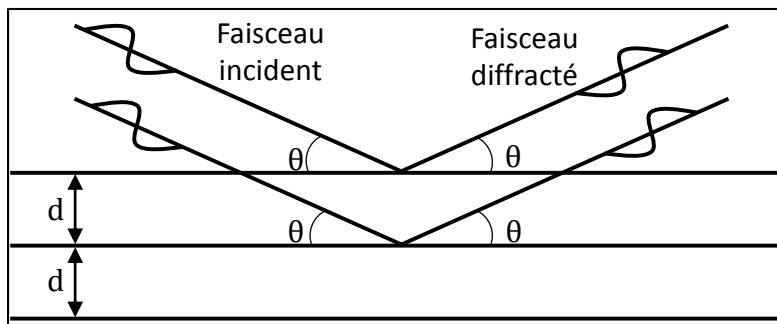


Figure 50 : Schéma de la diffraction des photons X dans une structure cristalline.

L'intensité du faisceau diffracté est ensuite mesurée par un détecteur mobile et les pics de diffractions sont analysés suivant leur position angulaire dans le diffractogramme obtenu.

L'analyse par DRX a été utilisée dans cette étude pour identifier les phases présentes (poudre et matériaux frittés). Pour les poudres, un échantillon est déposé sur un substrat

de silicium. Les matériaux frittés sont analysés suite à un polissage doux jusqu'au papier SiC 1200.

Deux diffractomètres ont été utilisés. Ils sont en géométrie Bragg-Brentano et sont équipés d'une anticathode de cuivre ($\lambda_{K\alpha 1} = 1,5406\text{\AA}$ et $\lambda_{K\alpha 2} = 1,5443\text{\AA}$). Les mesures ont été effectuées à température ambiante dans un domaine angulaire 2θ allant de 25 à 80°.

Le premier diffractomètre utilisé est un BRUKER AXS D4 ENDEAVOR $\theta - 2\theta$ équipé d'un détecteur linéaire BRUKER LynxEye. Le rayon du goniomètre est de 200 mm. Un filtre de suppression de rayonnement en nickel est utilisé pour atténuer le rayonnement K_{β} à 0,5%. La divergence est réduite par une fente fixe avant réglée à 0,982°.

Le pas de mesure choisi est de 0,016° avec un temps d'acquisition de 88s/pas.

Le second diffractomètre utilisé est un BRUKER D8 ADVANCE $\theta - \theta$ équipé d'un détecteur linéaire LynxEye. Le rayon du goniomètre est de 300mm. Un filtre de suppression de rayonnement en nickel est utilisé pour atténuer le rayonnement K_{β} à 0,5%. La divergence est réduite par une fente fixe avant réglée à 0,300°.

Le pas de mesure choisi est de 0,026° avec un temps d'acquisition de 576s/pas.

3.8. Mesures de contraintes résiduelles

3.8.1. Définition

L'état mécanique d'un matériau est lié aux sollicitations extérieures auxquelles il est ou a été soumis, notamment thermique. Du fait des hétérogénéités de la matière au sein d'une pièce (joints de grains, porosités, inclusions, dislocations, lacunes, précipités...), les contraintes ne sont pas uniformément réparties. Les contraintes résiduelles expriment l'état mécanique interne lié à la présence des discontinuités structurales du matériau. Il s'agit de contraintes multiaxiales statiques en équilibre mécanique qui persistent dans un système isolé non soumis à des efforts extérieurs. Il est important de connaître l'état de ces contraintes résiduelles car elles influencent le comportement mécanique et la durée de vie des pièces lors d'une sollicitation extérieure.

Suivant leur échelle d'influence, les contraintes résiduelles sont classées en trois ordres¹¹⁸:

Les contraintes du premier ordre

Elles sont qualifiées de macroscopiques. Elles correspondent aux contraintes présentes sur plusieurs grains (donc quelques mm). Sur la Figure 51, la contrainte moyenne sur l'ensemble de la pièce est représentée par σ^I . Les contraintes correspondantes aux phases α et β sont respectivement représentées par σ_α^I et σ_β^I .

Les contraintes du deuxième ordre

Elles sont qualifiées de microscopiques (ou mésoscopiques). Elles correspondent aux contraintes moyennes présentes au sein d'un grain monophasé (donc quelques microns). Sur la Figure 51, elles sont représentées par σ_α^{II} et σ_β^{II} pour chaque phase α ou β considérée. Ainsi, la contrainte σ^{II} dans un grain α peut être différente d'un autre grain α . Ceci va dépendre de l'orientation et des proches voisins de ce grain.

Les contraintes du troisième ordre

Elles sont qualifiées de submicroniques (ou intragranulaire). Elles correspondent aux contraintes présentes au sein d'une cristallite (quelques distances interatomiques, donc quelques nanomètres). Sur la Figure 51, elles sont représentées par σ_α^{III} et σ_β^{III} . Elles varient au sein d'un grain.

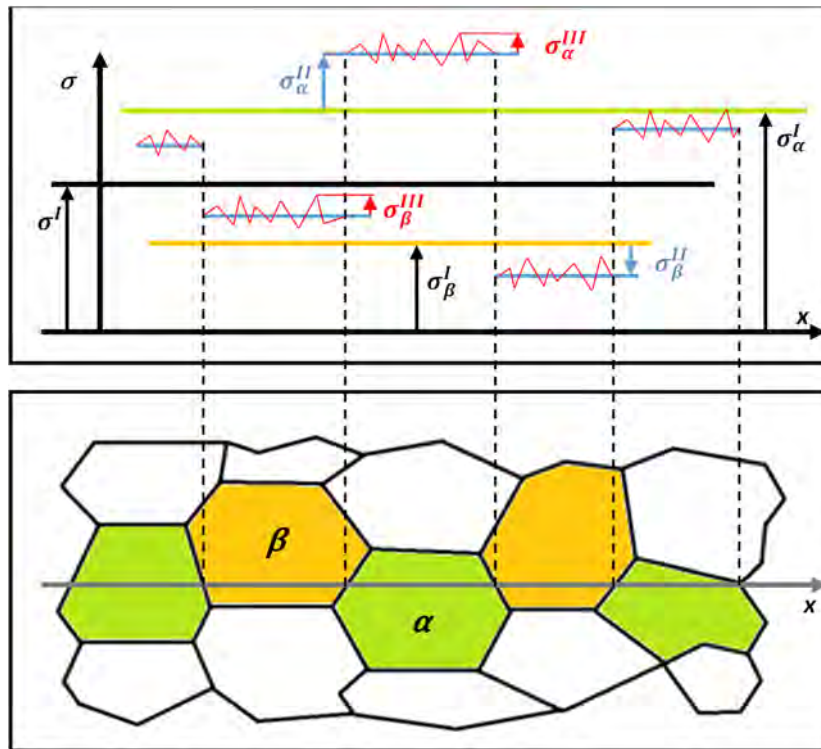


Figure 51 : Schéma des différents niveaux de contraintes résiduelles adapté de Moore et Evans¹¹⁹.

3.8.2. Principes de mesure

3.8.2.1. Mesure des déformations

L'application d'une contrainte (d'origine interne ou externe) sur la structure impose une déformation élastique du réseau cristallin. Or, l'équation de Bragg (Équation 6) montre que pour un plan (hkl) donné, l'angle de diffraction est très sensible à toute variation de la distance inter-réticulaire. Les décalages des pics ainsi engendrés sur le diffractogramme permettent de déterminer les déformations élastiques associées (voir Figure 52).

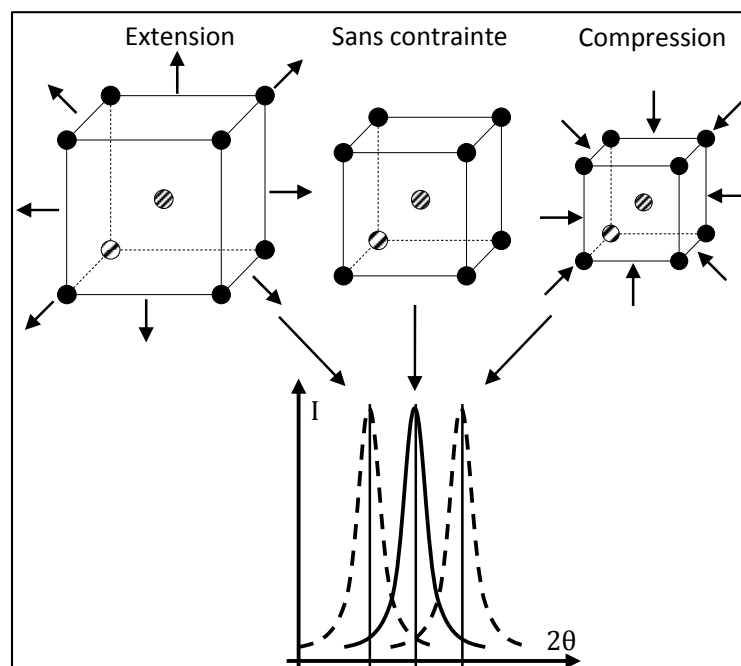


Figure 52 : Variation de la position d'un pic de diffraction en fonction du type de contrainte.

Si une contrainte de traction s'applique sur la structure cristalline, alors la distance inter-réticulaire des plans $\{hkl\}$ augmente donc leur angle de diffraction θ diminue. Inversement pour une contrainte de compression, d_{hkl} diminue donc θ augmente. Les variations de d_{hkl} peuvent être utilisées comme jauge de déformation. La déformation élastique des plans $\{hkl\}$ (notée ε_{hkl}) peut être exprimée par rapport à un matériau sans contrainte par :

$$\varepsilon_{hkl} = \frac{d_{hkl} - d_{0,hkl}}{d_{0,hkl}} \quad \text{Équation 7}$$

avec : $d_{0,hkl}$, la distance inter-réticulaire des plans $\{hkl\}$ dans le matériau sans contrainte.

En différenciant la loi de Bragg, d_{hkl} peut s'écrire sous la forme :

$$\varepsilon_{hkl} = -\cot(\theta_{0,hkl}) \times \Delta\theta_{hkl} \quad \text{Équation 8}$$

A partir de cette déformation, les contraintes peuvent être déduites. C'est l'objet de la section suivante.

3.8.2.2. Détermination des contraintes

Les contraintes peuvent être déterminées par la méthode des contraintes principales ou la méthode des $\sin^2\Psi$. La méthode de détermination des contraintes principales est plus rapide à mettre en œuvre que celle de la méthode des $\sin^2\Psi$ mais elle suppose que les directions principales de l'échantillon à mesurer soient connues. Ainsi les mesures de déformations dans les 3 directions principales permettent d'obtenir les contraintes principales dans ces mêmes 3 directions. La précision dépendra de la connaissance précise de ces directions principales. Dans le cas de la méthode des $\sin^2\Psi$, la réponse des déformations, donc des contraintes, est moyennée en inclinant le volume d'analyse afin de mettre en position de diffraction un maximum de grain (orientation identique). De fait, cette méthode est la plus précise et est utilisée dans cette étude.

La méthode des $\sin^2\Psi$ a été développée en 1958 par Macherauch^{120,121}. Pour l'appliquer, il convient de définir un repère de mesure dans l'échantillon et les angles Φ et Ψ (voir Figure 53).

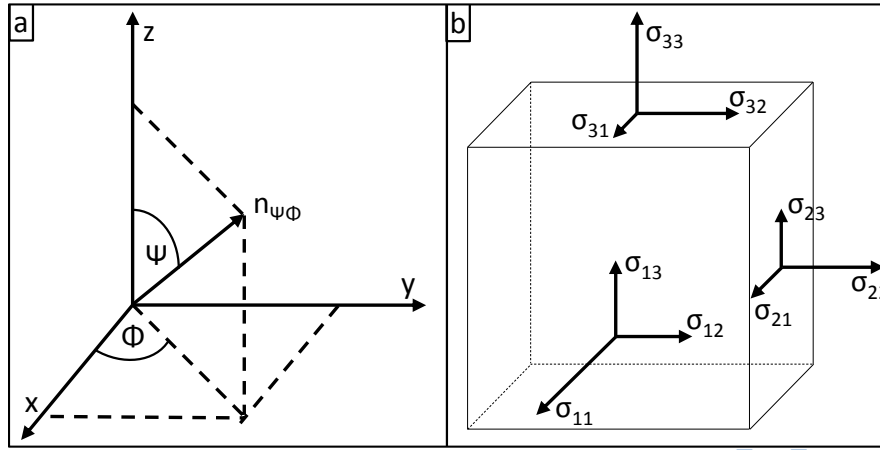


Figure 53 : a) Définition du repère de mesure de l'échantillon et des angles ψ et ϕ . $n_{\psi\phi}$ est la direction de mesure de la déformation. b) Définition des contraintes dans un élément de volume de l'échantillon.

Les lois de la mécanique des milieux continus permettent de relier la déformation moyenne $\varepsilon_{\psi\phi}$ suivant une direction définie par les angles ϕ et ψ , et la contrainte σ par l'Équation 9 :

$$\varepsilon_{\psi\phi} = \ln \frac{\sin \theta_0}{\sin \theta} = \frac{1 + \nu_{hkl}}{E_{hkl}} [(\sigma_\phi - \sigma_{33}) \times \sin^2 \psi + \tau_\phi \times \sin 2\psi + \sigma_{33}] - \frac{\nu}{E_{hkl}} \times Tr(\bar{\sigma}) \quad \text{Équation 9}$$

avec : $\sigma_\phi = \sigma_{11} \times \cos^2 \phi + \sigma_{22} \times \sin^2 \phi + \sigma_{12} \sin 2\phi$, $\tau_\phi = \sigma_{13} \times \cos \phi + \sigma_{23} \times \sin \phi$

et $Tr(\bar{\sigma}) = \sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}$

θ est la position du pic de diffraction mesuré dans la direction (ψ, ϕ) ; $Tr(\sigma)$ est la trace du tenseur des contraintes et τ_ϕ , le cisaillement.

La courbe $\varepsilon_{\psi\phi} = f(\sin^2 \psi)$ peut décrire une ellipse dont une branche correspond aux valeurs positives de ψ et l'autre aux valeurs négatives. La pente de cette ellipse est proportionnelle à $(\sigma_\phi - \sigma_{33})$ et son ouverture est proportionnelle au cisaillement τ_ϕ .

3.8.3. Mesures avec le rayonnement X synchrotron

Le rayonnement synchrotron produit des faisceaux de photons X plus énergétiques et avec un flux de plusieurs ordres de grandeur par rapport au faisceau issu d'anticathode classique de laboratoire. Les mesures et résultats présentés dans ces travaux ont été réalisés par Messieurs G. Geandier (Chargé de recherche à l'institut Jean Lamour) et B. Malard (Maitre de Conférences INPT Toulouse/CIRIMAT) sur le diffractomètre Diffabs à SOLEIL sur le plateau de Saclay.

Les énergies utilisées lors des essais sont de 7keV et de 18,5keV. Le faisceau a une dimension de $300 \times 260 \mu\text{m}^2$. L'angle d'incidence d'environ $9,5^\circ$ permet des profondeurs effectives de pénétration de $0,6 \mu\text{m}$ (7keV) et $8,5 \mu\text{m}$ (18,5keV). Un détecteur 2D est utilisé afin de récolter un maximum de signal de diffraction (partie de cône de Debye-Scherrer).

Les volumes d'analyses sont respectivement de $3.10^5 \mu\text{m}^3$ et $4.10^6 \mu\text{m}^3$ pour 7keV et 18,5keV (soit respectivement plus de 10000 grains et plus de 100000 grains). Une photographie du montage est présentée à la Figure 54.

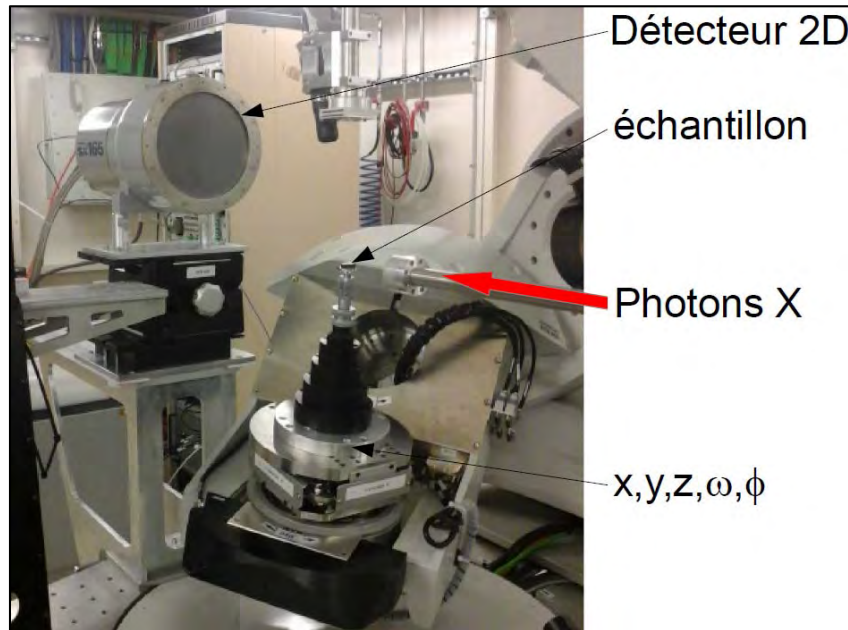


Figure 54 : Photographie du montage expérimental de mesure de contrainte résiduelle.

Le repère de l'échantillon est décrit à la Figure 55.

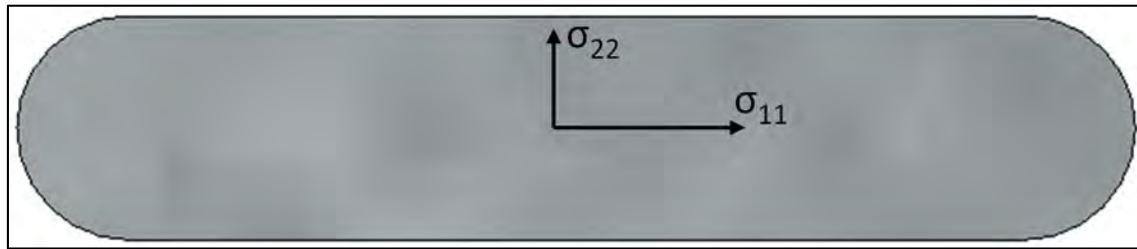


Figure 55 : Référentiel de l'échantillon.

A partir de l'Équation 9, $\ln \frac{1}{\sin \theta}$ est tracé en fonction de $\sin^2 \Psi$. A partir de la pente de cette droite et selon que l'échantillon soit orienté à 0° ou 90° ($\Phi=0$ ou 90°), les contraintes selon σ_{11} ou σ_{22} sont respectivement obtenues (voir Équation 10 et Équation 11).

$$\frac{\delta \ln \left(\frac{1}{\sin \theta} \right)}{\delta \sin^2 \Psi} = P_{(\Phi=0)} = \frac{1+\nu}{E} (\sigma_{11} - \sigma_{33}) \Rightarrow \sigma_{11} - \sigma_{33} = \frac{E}{1+\nu} P_{(\Phi=0)} \quad \text{Équation 10}$$

$$\frac{\delta \ln \left(\frac{1}{\sin \theta} \right)}{\delta \sin^2 \Psi} = P_{(\Phi=90)} = \frac{1+\nu}{E} (\sigma_{22} - \sigma_{33}) \Rightarrow \sigma_{22} - \sigma_{33} = \frac{E}{1+\nu} P_{(\Phi=90)} \quad \text{Équation 11}$$

Il n'est ainsi possible que de déterminer $\sigma_{11} - \sigma_{33}$. Afin de déterminer σ_{33} , il faut connaître θ_0 .

3.9. Microtomographie

La microtomographie X est une technique non destructive d'absorption des rayons X qui permet de reconstruire en trois dimensions une pièce analysée à partir d'images obtenues en deux dimensions. Elle est utilisée dans cette étude pour caractériser la surface des contacts entre granules dans le premier stade du frittage.

Pour cela, un microtomographe PHOENIX Nanotom s situé au CIRIMAT-UPS, produit un faisceau polychromatique de rayons X grâce à une cathode en tungstène produisant des électrons accélérés et envoyés sur une cible en tungstène. La tension (entre 10 et 180kV) et l'intensité du courant (entre 5 et 880 μ A) circulant dans la cathode peuvent être ajustés afin d'affiner le faisceau de rayons X produit pour s'adapter à l'échantillon analysé et ainsi optimiser l'acquisition. Ce faisceau est ensuite plus ou moins absorbé par l'échantillon d'une taille de 1,5x1,5x1,5mm. Les rayons transmis après interaction avec le matériau sont ensuite enregistrés par un détecteur (voir Figure 56). La résolution de l'appareil est de l'ordre du micromètre.

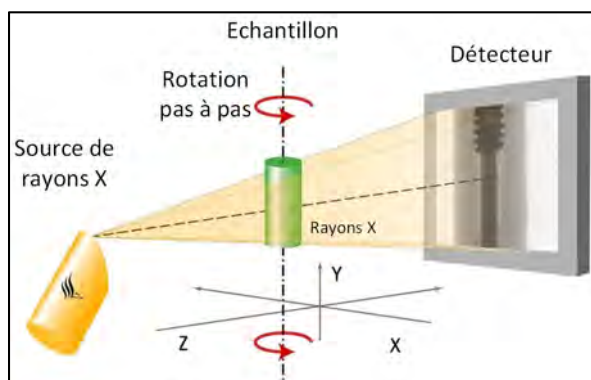


Figure 56 : Schéma de fonctionnement du microtomographe à rayons X (documentation du fournisseur).

Après acquisition et traitement via le logiciel¹²² de l'appareil réalisés par Monsieur Benjamin Duployer, une image en niveau de gris est obtenue et permet d'accéder aux différences de compositions ainsi qu'à la présence d'hétérogénéités (pores, inclusions...). Suite à la reconstruction du volume, ce dernier est découpé en une succession d'image en 2 dimensions via le logiciel ImageJ. Ensuite, un troisième logiciel, iMorph¹²³ (créé par Monsieur Jérôme Vicente, Maître de conférences à l'institut universitaire des systèmes thermiques industriel), permet de quantifier les éléments du volume analysé (dimensions des granules, porosité, surface des contacts). Les analyses sont réalisées avec les paramètres d'acquisition suivants :

- Nombre d'images : 2000
- Période de prise d'image : 2000ms
- Tension : 90kV

- Intensité : 160 μ A

3.10. Essais de traction

Pour mener à bien les essais de traction, une machine MTS SYNERGIE 1000 unit située au CIRIMAT ENSIACET a été utilisée. Les essais ont été réalisés sous air ambiant et à la température du laboratoire. La machine est équipée d'une cellule de force de 5kN. La vitesse de déformation choisie est de 10⁻³s⁻¹. La zone utile des éprouvettes mesure 16mm de long pour 2,2mm de largeur et une épaisseur de 1mm. Dans ses travaux de thèse, Buirette¹⁵ montre que cette épaisseur est suffisante pour caractériser le TA6V. En effet, la taille des éléments microstructuraux lors de son étude étaient suffisamment petits face à l'épaisseur de ses éprouvettes. C'est également le cas ici.

Les éprouvettes sont préparées selon le protocole décrit dans la section 2.3 et 3.3.

Avant l'essai à proprement parlé, une charge à environ 100MPa est appliquée suivie d'une décharge afin d'ajuster l'ensemble des composants de la colonne. Le déplacement est mesuré par un extensomètre à couteaux placé au contact de la zone utile. L'essai est piloté en vitesse de déplacement de la colonne. Il est validé si la vitesse de déplacement de l'extensomètre correspond bien à 16.10⁻³mm/s.

Dans la suite de ces travaux, il sera mentionné les termes de contrainte corrigée et de déformation corrigée qui feront appels à l'Équation 12 et l'Équation 13. Ces termes sont choisis (et non contrainte vraies et déformation vraie) car la section de l'éprouvette lors de la striction n'est pas exactement connue.

$$\varepsilon_c = \ln(1 + \varepsilon) \quad \text{Équation 12}$$

avec ε la déformation de l'éprouvette obtenue à partir des mesures de déplacement.

$$\sigma_c = \sigma(1 + \varepsilon) \quad \text{Équation 13}$$

avec σ la contrainte calculée à partir de la mesure de la force et de la section initiale de l'éprouvette.

3.11. Calculs d'incertitudes

En répétant de nombreuses fois l'expérience consistant à mesurer n valeurs d'une grandeur x , on obtient une distribution dont on prend ensuite la valeur moyenne notée \bar{x} . La valeur vraie de cette distribution est X . Son écart-type, note $\sigma_{\bar{x}}$ et aussi appelé écart-type de la moyenne, est donné par l'Équation 14 :

$$\text{Incertainitude sur } \bar{x} = \sigma_{\bar{x}} = \frac{\sigma}{\sqrt{n}} \quad \text{Équation 14}$$

$\sigma_{\bar{x}}$ représente l'incertitude sur la détermination de la valeur vraie X à partir de la moyenne de n mesures. En pratique σ n'est pas connu et on utilise son évaluation σ_x pour déterminer $\sigma_{\bar{x}}$. Dans le cas où on effectue une moyenne sur un petit nombre de mesures (n compris entre 5 et 100), σ_x n'est pas une bonne évaluation de σ et la théorie montre qu'il faut faire intervenir un coefficient supplémentaire dit de Student et noté t . L'Équation 14 devient alors :

$$\sigma_{\bar{x}} = t \times \frac{\sigma_x}{\sqrt{n}} \quad \text{Équation 15}$$

Ce coefficient dépend du nombre de points moyennés et du niveau de confiance, c'est-à-dire la probabilité que le résultat soit compris dans l'incertitude calculée (voir Tableau 21).

Tableau 21 : Coefficients de Student en fonction du nombre de mesure et du niveau de confiance souhaité.

Niveau de confiance	n=1	n=2	n=3	n=4	n=5	n=10	n=20	n=50	n=100	n=∞
99%	63,66	9,92	5,84	4,60	4,03	3,17	2,85	2,68	2,63	2,58
95%	12,71	4,30	3,18	2,78	2,57	2,23	2,09	2,01	1,98	1,96

Le niveau de confiance utilisé dans cette étude est de 95%.

Chapitre 3. Etude du stade initial du frittage SPS de TA6V.

Contenu

1. Introduction.....	103
2. Mise en place des essais de frittage SPS	104
2.1. Colonne et pastilleuse spécifiques	104
2.2. Tamisage de la poudre	104
2.3. Cycles de frittage SPS	105
2.4. Densité apparente après pré-compaction	106
2.5. Déplacement après pré-compaction.....	108
2.6. Intégrité des granules après la pré-compaction	109
3. Influence de l'état de compaction du corps granulaire	110
3.1. Cycles de frittage.....	110
3.2. Observation par MEB des zones de cous en coupe après frittage SPS	114
3.3. Observation des surfaces des cous sur des faciès de rupture.....	117
3.4. Aire des surfaces de cous et connectivité des granules	122
4. Isolation électrique du corps granulaire	126
4.1. Cycle de frittage	126
4.2. Nature des cous.....	129
4.3. Faciès de rupture.....	130
5. Conclusions.....	132

1. Introduction

La controverse sur les phénomènes spécifiques du frittage SPS (présence de plasma, existence de points chauds, mécanisme d'électroplasticité...) évoquée dans le premier chapitre concerne notamment la présence ou non d'effets aux contacts entre granules. En effet, la circulation du courant électrique au sein du corps granulaire peut être impactée par la quantité et la surface des contacts entre granules. Les échauffements locaux peuvent ainsi être modifiés et une influence sur le frittage tant en termes de mécanismes de densification que de microstructures peut être envisagée. En effet, du fait des intensités de courants locales plus importantes, une plus faible compaction (donc moins de contacts entre granules dans le corps granulaire^{82,124}) peut conduire à des échauffements locaux exacerbés, à de la fusion aux contacts entre granules comme observés par certains auteurs^{82,84,125}, à la présence d'étincelles pouvant activer les surfaces des granules⁸ ou à de l'électromigration^{91,126}.

L'objectif de ce chapitre est donc d'identifier le cas échéant des phénomènes spécifiques liés au frittage SPS du TA6V en fonction de l'état de compaction du corps granulaire et de la quantité de contacts entre granules. Pour cela, la poudre de TA6V a été tamisée (de 100 à 125 μ m) de manière à avoir, sur les différents échantillons préparés, des corps granulaires initiaux homogènes en termes de compaction et de quantité de contacts entre granules, ceci dans le but d'homogénéiser les chemins de circulation du courant.

Dans le but de modifier la compaction du corps granulaire, deux cycles de frittage ont été établis. Le premier inclut une étape de pré-compaction à l'inverse du second. Le terme pré-compaction fait référence à un cycle de chargement (i.e. pression uniaxiale de 25MPa) déchargement appliqué au préalable du cycle thermique. La pré-compaction est alors suivie d'une montée en température jusqu'à 750°C puis de l'arrêt de l'essai (pas de palier). Les cycles seront détaillés dans la section 2.3. La pré-compaction est supposée s'affranchir des effets de compacité initiale du cru et de la mise en place de l'outillage dans la colonne. De plus, elle améliore la qualité des contacts entre les interfaces pistons/papyex/corps granulaire et donc diminue les résistances électriques de contact¹²⁷.

Chaque condition (**avec** et **sans** pré-compaction) est reproduite deux fois afin d'avoir une certaine répétabilité des essais. Les cycles de frittages et la densification des échantillons sont ensuite comparés et discutés. Une quantification des natures des contacts par observation MEB des coupes des échantillons est également réalisée. Les joints entre granules sont observés par MEB sur les faciès de rupture des échantillons. Enfin, l'aire

des surfaces de contact et la morphologie des granules sont analysées par microtomographie.

De plus, pour tenter de découpler les effets thermiques de ceux du courant, des essais ont été réalisés avec le corps granulaire isolé électriquement. Pour cela, des pastilles d'alumine ont été insérées de part et d'autre du corps granulaire (entre chaque piston et le corps granulaire). Puis des cycles de frittage identiques ont été réalisés afin d'évaluer l'impact du courant sur frittage de TA6V. L'effet du courant électrique dans le frittage SPS de la poudre de TA6V pourra ainsi être observé.

Ces résultats contribueront à une meilleure compréhension des phénomènes ayant lieu lors du frittage SPS et à une plus grande maîtrise du procédé dans l'obtention de matériaux à microstructures contrôlées.

2. Mise en place des essais de frittage SPS

2.1. Colonne et pastilleuse spécifiques

Grâce à des essais préliminaires non présentés ici, il s'est avéré indispensable d'éliminer des paramètres pouvant influencer le frittage SPS. En effet, des propriétés électriques légèrement différentes ainsi que des effets indésirables peuvent exister dus aux contacts électriques au niveau des entretoises successives utilisées. De plus, l'utilisation de pastilleuses inégales en temps de vie total peut fausser les résultats à cause d'évolutions des propriétés électriques.

Ainsi, un jeu d'entretoises monoblocs et une pastilleuse (8mm de diamètre interne) spécifiques ont été utilisés pour tous les essais réalisés dans ce chapitre. Ces deux paramètres permettent de s'affranchir de différences éventuelles sur les propriétés électriques de la colonne et de la pastilleuse.

2.2. Tamisage de la poudre

L'étude des phénomènes spécifiques du frittage SPS du TA6V nécessite notamment des états de compaction initiaux du corps granulaire les plus similaires possibles entre les différents essais à venir. Ainsi, certains auteurs^{128,129} préconisent l'utilisation de granules de diamètres proches. Le ratio de diamètre entre les gros granules et les petits proposés dans leurs travaux est de 1,4.

Cependant, des rayons de courbures de granules trop différents rendent inégales leurs surfaces de contacts. Une influence sur les densités de courant et les contraintes mécaniques au niveau des contacts entre granules peut donc être présente. Remonter aux

phénomènes intrinsèques au frittage SPS du TA6V s'avérerait alors difficile. Il faudrait alors choisir des granules de diamètres identiques mais au détriment de la compaction initiale. Afin d'être en mesure d'avoir des surfaces de contacts les plus similaires possibles entre les différents essais tout en ayant des états de compaction proches, un ratio de taille des granules intermédiaire de 1,25 est alors choisi.

La poudre initiale est donc tamisée à sec durant 20min grâce à une tamiseuse RETSCH AS200 et des tamis de 125 et 100 μ m. La poudre tamisée de granulométrie comprise entre 100 et 125 μ m est ensuite observée par MEB afin de s'assurer que le tamisage n'a pas altéré la morphologie des granules ou leurs états de surface (voir Figure 57).

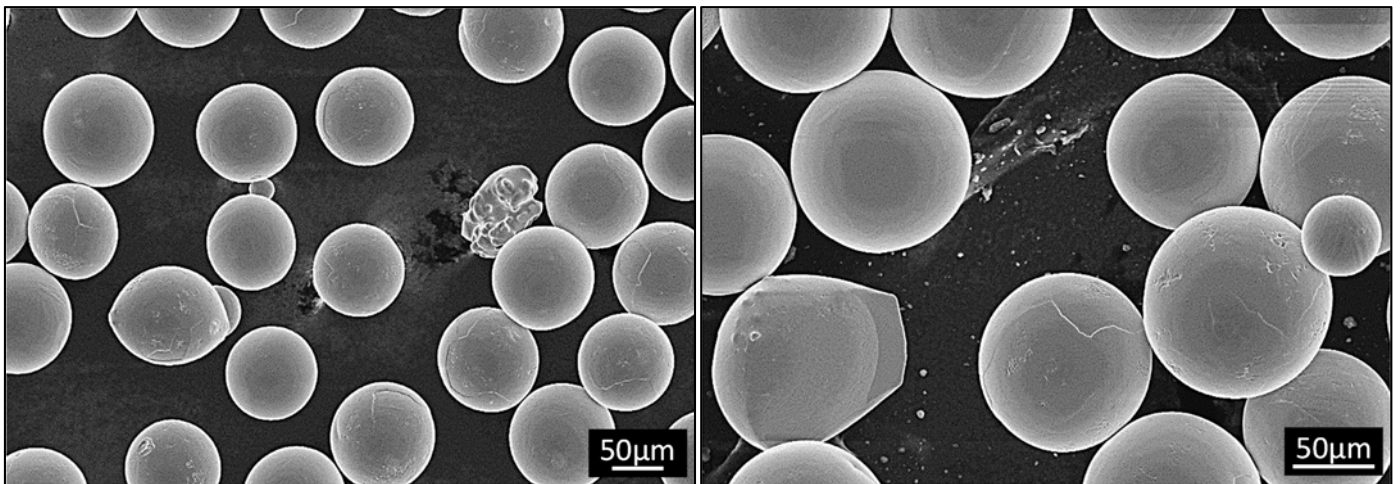


Figure 57 : Observation MEB de la poudre tamisée. Aucune pollution ou altération de la morphologie n'est visible après tamisage.

Aucune altération de la morphologie des granules n'est visible suite au tamisage par rapport à la poudre initiale (voir Figure 36 du Chapitre 2).

Hormis ces spécificités (jeu d'entretoises monoblocs et pastilleuse spécifique, poudre tamisée), les essais SPS sont conduits selon le protocole présenté dans la section 2.3 du Chapitre 2.

2.3. Cycles de frittage SPS

Les cycles schématiques de frittage sont présentés en Figure 58.

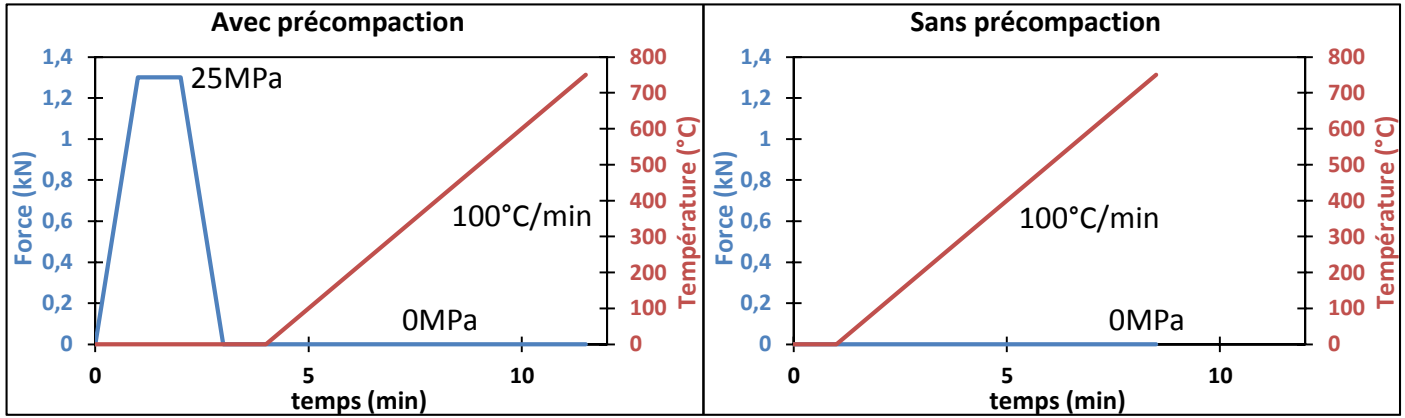


Figure 58 : Cycles schématiques de frittages SPS. A gauche, avec pré-compaction. A droite, sans pré-compaction.

Comme introduit au début du chapitre, un premier cycle avec une étape de pré-compaction de 25MPa et un second cycle sans pré-compaction sont établis. L'ajout de cette pré-compaction est réalisé dans le but d'augmenter le nombre de contacts et l'état de compaction du corps granulaire^{82,124}. Un chauffage à 100°C/min jusqu'à 750°C est appliqué sans palier à cette température. Ces cycles de frittage sont donc appelés "interrompus". Le refroidissement est libre et sous vide jusqu'à 300°C.

2.4. Densité apparente après pré-compaction

Pour permettre le frittage, les électrodes de la colonne nécessitent d'être en contact avec la pastilleuse par l'application d'une force minimale dite de contact. Des écarts sur la valeur de cette force lors de la mise en place des échantillons peuvent conduire à des états de compacités du corps granulaire, des quantités de contact et de surfaces de contact entre les granules différents d'un échantillon à l'autre. Afin d'être en mesure d'avoir un indicateur sur l'homogénéité des corps granulaires des essais à venir dans ce chapitre, cette force de contact est relevée et notée F_{cont} . Un déplacement faible mais non quantifiable est associé (noté Δ_{inc}). Ensuite, lorsque le vide primaire est établi dans l'enceinte, un déplacement peut être observé (noté Δ_{vide}) et la valeur de la force de contact peut varier (la force de contact après la mise sous vide de l'enceinte est notée F_{vide}).

Afin de vérifier si la pré-compaction permet d'augmenter l'état de compaction du corps granulaire de façon répétable, des essais de simple mise en pression à 25 MPa (sans chauffage) couplés à des calculs de densité apparente (notée d_{app}) avant et après mise en pression sont réalisés.

Pour cela, une quantité connue de poudre est placée dans la pastilleuse de l'étude. Le papyex est également placé. Ensuite, en mesurant la hauteur totale des pistons et du corps granulaire avec un pied à coulisse et en connaissant la section du corps granulaire, d_{app} initiale est calculée. La pastilleuse est ensuite placée dans l'enceinte de la machine.

La force de contact F_{cont} , le déplacement après la mise sous vide Δ_{vide} ainsi que la force de contact après la mise sous vide F_{vide} sont relevés. L'essai de mise en pression à 25MPa (équivalent de la pré-compaction) est ensuite lancé (sans chauffage). Le déplacement associé est également relevé (noté Δ_{comp}). Puis l'échantillon est retiré et la densité apparente est de nouveau calculée (d_{app} finale). Les densités apparentes calculées sont regroupées dans le Tableau 22.

Tableau 22 : Densités apparentes calculées avant et après l'application d'une pression de 25MPa.

Essai	1	2	3	4	5	6
Masse (mg)	944	945	935	950	945	947
d_{app} initiale	62,5±0,5%	63,1±0,5%	63,3±0,5%	62,5±0,5%	63,1±0,5%	63,2±0,5%
F_{cont} (kN)	-0,7	-0,7	-0,7	-1,1	-1,2	-1,1
F_{vide} (kN)	-1,2	-1,1	-1,1	-1,4	-1,5	-1,3
d_{app} finale	64,3±0,5%	63,8±0,5%	64,2±0,5%	63,2±0,5%	63,8±0,5%	63,4±0,5%

Les valeurs de d_{app} initiales (donc sans la pré-compaction) sont comprises entre 62,5 et 63,3% (moyenne de 62,9%). Après la pré-compaction, les valeurs de d_{app} finales sont comprises entre 63,2 et 64,3% (moyenne de 63,8%). La dispersion des valeurs est due aux incertitudes des outils de mesure et à l'écrasement du papyex. La pré-compaction permet donc d'augmenter la densité du cru et d'obtenir des valeurs similaires.

Les forces de contact diminuent systématiquement après la mise sous vide. Aucune explication n'a pu formellement identifiée mais un réarrangement granulaire peut en être à l'origine. Cependant, aucune corrélation n'est déterminée entre les forces de contact et d_{app} finale. Les écarts de 0,5kN sont négligeables face à la mise en pression de 1,3kN pour ce qui concerne d_{app} finale.

La relation de Rumpf¹²⁴ permet de relier la coordinence moyenne (nombre de proches voisins en contact avec un granule) à la compacité d'un corps granulaire constitué de granules sphériques:

$$N_c = \frac{\pi}{1 - C} \quad \text{Équation 16}$$

avec N_c la coordinence et C la compacité moyenne.

L'application de l'Équation 16 donne une coordinence de 8,7 pour le corps granulaire du TA6V de cette étude avec pré-compaction et une coordinence de 8,5 pour le corps granulaire sans pré-compaction. Une augmentation de la coordinence est donc observée avec l'application de la pré-compaction. Au premier abord, la différence semble négligeable. Cependant, l'application d'une pression de 25MPa améliore également les interfaces piston/papyex/corps granulaire. Les résistances électriques de contact sont

alors diminuées et une incidence sur l'échauffement du corps granulaire peut alors être présente.

Il est donc pertinent d'évaluer les effets sur la morphologie des cous, sur les microstructures autour des contacts et la surface des contacts entre granules après les cycles de frittages interrompus.

2.5. Déplacement après pré-compaction

Pour la suite de la thèse, il convient d'analyser l'évolution de la courbe de déplacement en fonction de la compression. En effet, l'évolution du déplacement peut sembler en premier lieu inégale. Ici, des essais de compression à 25MPa (équivalent de la pré-compaction) sont réalisés et les résultats sont reportés sur le graphe de la Figure 59.

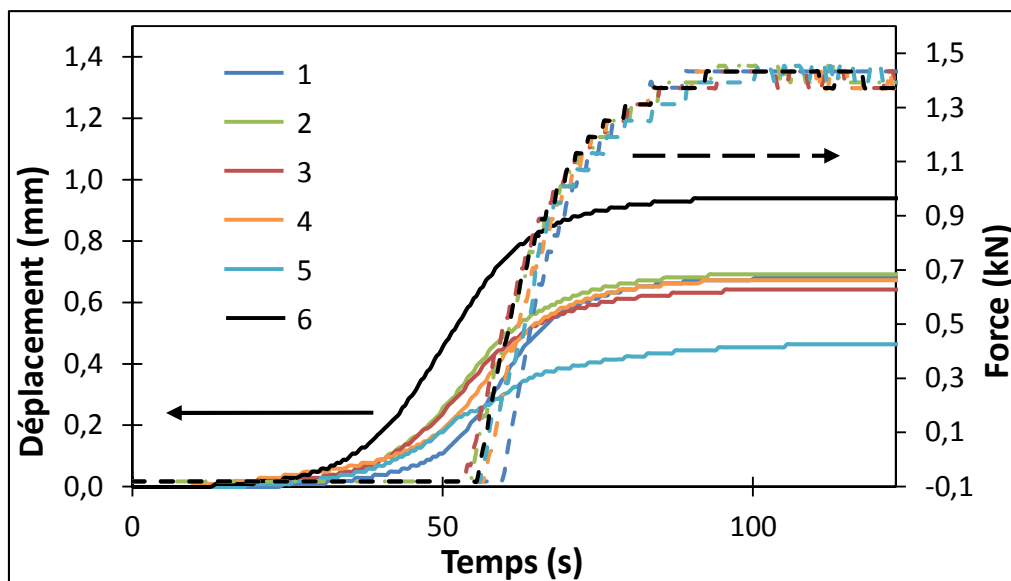


Figure 59 : Déplacements enregistrés (en traits pleins) et forces appliquées (en pointillés) par la machine pour chacun des essais.

Bien que les forces appliquées (pré-compaction) soient identiques (1,3kN), les déplacements associés ne le sont pas (Δ_{compr}). Dans ces travaux de thèse, la valeur de Δ_{vide} n'est pas enregistrée lors des essais de frittage. Ces valeurs ont cependant été relevées pour comprendre les différences observées sur Δ_{compr} . Elles sont reportées dans le Tableau 23 pour chaque essai présenté à la Figure 59.

Tableau 23 : Valeurs de déplacements relevées et enregistrées pour les essais de simple compression.

Essai	1	2	3	4	5	6
Δ_{vide} (mm)	0,278	0,282	0,295	0,272	0,512	0,032
Δ_{comp} (mm)	0,682	0,692	0,642	0,672	0,464	0,939
Δ_{tot} (mm)	0,970	0,974	0,907	0,957	0,976	0,971

En ajoutant Δ_{vide} et Δ_{compr} , les valeurs Δ_{tot} sont alors très proches. Les différences sont liées au déplacement Δ_{inc} provoqué par la mise en contact des électrodes. Pour la suite

de la thèse, bien que Δ_{compr} puisse être différent d'un essai à l'autre, le déplacement après la pré-compaction Δ_{tot} sera considéré comme étant identique pour tous les essais.

2.6. Intégrité des granules après la pré-compaction

Afin de pouvoir comparer les frittages avec et sans pré-compaction, il convient de s'assurer que la pré-compaction n'endommage pas les granules de poudre. En effet, la pré-compaction de 25MPa est plus importante au niveau des contacts entre granules. Des micrographies de la poudre après l'application d'une pression de 25MPa sont présentées à la Figure 60. Aucune altération de la morphologie n'est notable par rapport à la poudre tamisée (voir Figure 57).

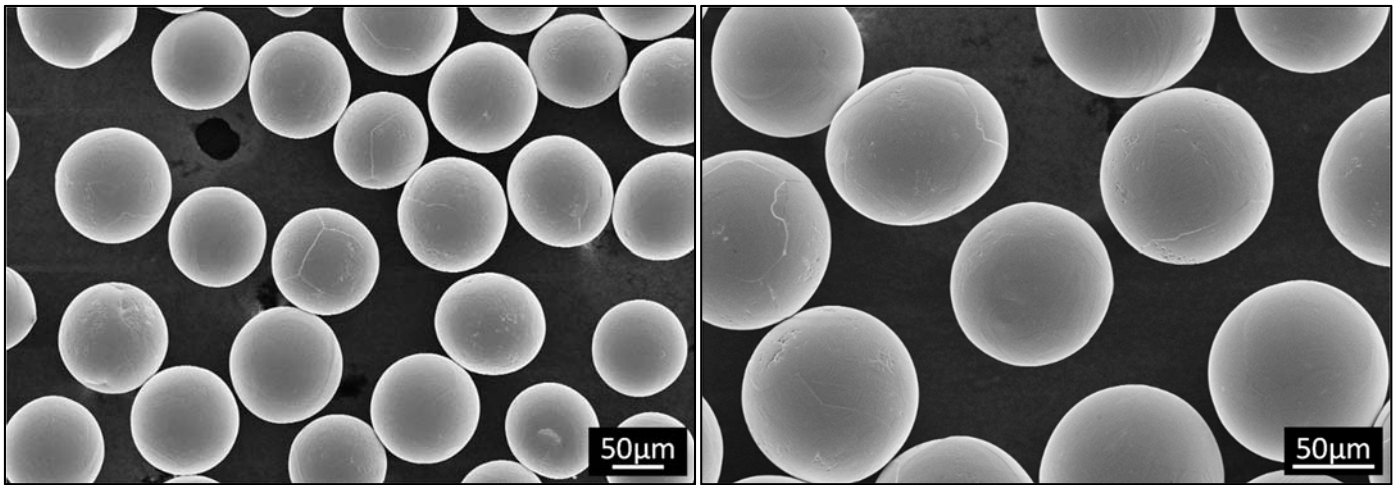


Figure 60 : Granules observés au MEB après pré-compaction. Aucune altération morphologique n'est observée.

Un protocole particulier permettant de pouvoir vérifier les effets intrinsèques au frittage du TA6V a ainsi été établi. L'influence de l'état de compaction du corps granulaire sur les phénomènes spécifiques au frittage du TA6V peut maintenant être étudiée. C'est l'objet des sections suivantes.

3. Influence de l'état de compaction du corps granulaire

Dans le reste du chapitre, "AP" signifie **avec** étape de **pré-compaction** et "SP" signifie **sans** étape de **pré-compaction**.

3.1. Cycles de frittage

3.1.1. Résultats

Les cycles de frittage SPS interrompus (décrits dans la section 2.3) avec étape de pré-compaction sont présentés en Figure 61.

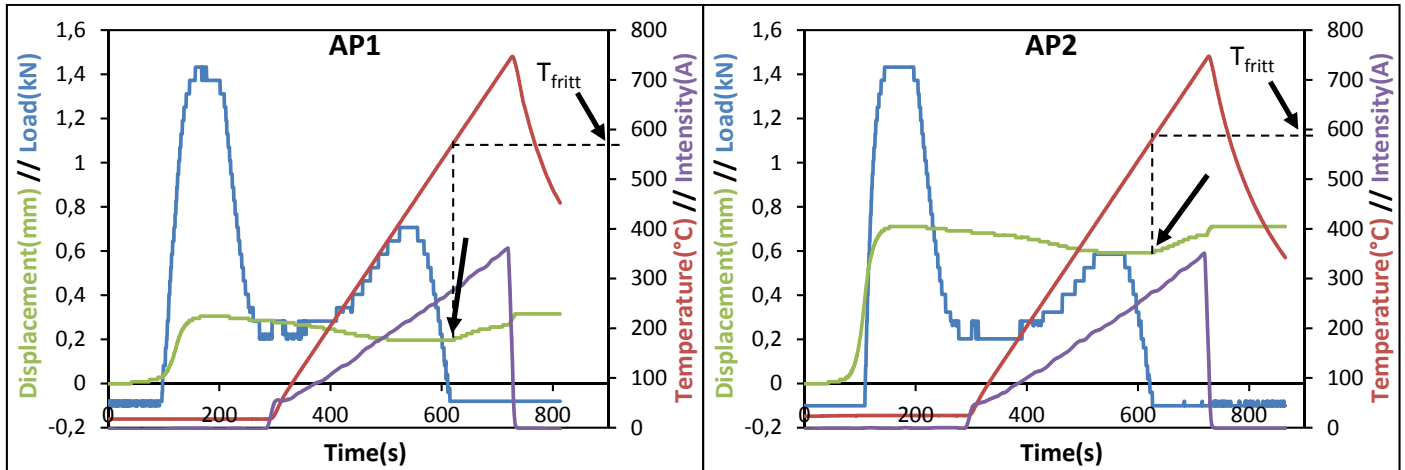


Figure 61 : Cycles de frittage SPS avec pré-compaction.

Une première remarque importante doit être faite par rapport aux comportements des courbes de force (en bleu) sur la Figure 61 qui diffèrent des cycles schématisés présentés à la Figure 58. En effet, bien que la force minimale applicable par la machine (0,1kN) soit paramétrée suite à la pré-compaction et jusqu'à la fin de l'essai, cette force se stabilise vers 0,3kN puis remonte jusqu'à 0,7kN du fait de la dilatation thermique de la colonne et enfin diminue jusqu'à être nulle lorsque le réarrangement granulaire ou le début du frittage intervient. Afin d'expliquer cela, il convient d'entrer dans les détails de fonctionnement de la machine SPS. La pression hydraulique appliquée ne peut pas diminuer lorsqu'elle est déjà nulle (autrement dit, la machine ne peut pas "tirer" sur les électrodes). Suite à la pré-compaction programmée à 1,3kN, la force de consigne de 0,1kN (force minimale) n'est pas atteinte malgré la pression hydraulique nulle. Lors de la montée en température, la colonne se dilate et prend appui sur les électrodes. Par réaction, une force, qui est mesurée par la cellule de force, s'applique. Ensuite, en atteignant des températures plus élevées, la force mesurée diminue. Cela peut être lié à deux phénomènes : le réarrangement granulaire et/ou le début du retrait du corps granulaire. Il est donc difficile de considérer la diminution de cette force comme le signe direct du début du frittage en tant que tel. L'augmentation du déplacement est sans

conteste un signe évident que le retrait a lieu et donc que le frittage est en cours. Pour le reste du chapitre, le début du frittage sera donc considéré comme étant la température macroscopique (température du thermocouple) correspondante à l'augmentation de la valeur du déplacement pendant la montée en température (notée T_{fritt} ; voir flèches sur la Figure 61).

Les données relevées (F_{cont} , F_{vide} , T_{fritt}) et calculées (densité relative et puissance électrique dissipée maximale) des essais SPS avec pré-compaction sont reportées dans le Tableau 24. La puissance électrique dissipée maximale (calculée à partir des données de la tension et de l'intensité du courant fournies par le générateur) est également calculée et sert d'indicateur à l'énergie que le générateur doit fournir pour respecter la température de consigne. Des différences donnent des informations sur les quantités de contacts dans le corps granulaire mais également sur la qualité du contact piston/corps granulaire. Toutes choses égales par ailleurs, plus la puissance électrique dissipée maximale est élevée et plus la proportion de courant passant dans le corps granulaire est importante. Cela peut conduire à des échauffements locaux plus importants au sein du corps granulaire.

Tableau 24 : Données relevées et calculées des essais AP1 et AP2.

Essai	Masse	F_{cont}	F_{vide}	T_{fritt}	Densité relative	Puissance électrique dissipée maximale
AP1	890mg	-0,1kN	-1,0kN	$577 \pm 5^\circ\text{C}$	$71 \pm 1\%$	$1151 \pm 37\text{W}$
AP2	860mg	-0,8kN	-1,2kN	$587 \pm 5^\circ\text{C}$	$69 \pm 1\%$	$1060 \pm 36\text{W}$

Les valeurs de T_{fritt} sont très proches entre les deux échantillons : 577°C pour AP1 et 587°C pour AP2. L'écart s'explique par la force existante vers 550s (due à la dilatation thermique) qui est légèrement plus importante pour AP1 (0,7kN contre 0,6kN). Cela est probablement couplé à F_{cont} qui est plus grand pour AP1. La puissance électrique dissipée maximale présente un écart de 8% entre les deux essais : en assurant un meilleur contact entre les corps granulaires et les pistons dans le cas d'AP1 (du fait de F_{cont} plus important) et en augmentant la surface de contact totale dans le corps granulaire (également du fait de F_{cont} plus important), une plus grande proportion de courant passe dans le corps granulaire au détriment de la matrice¹³⁰. Une plus grande quantité de courant est alors nécessaire pour atteindre une même température de consigne pour AP1 (car le thermocouple de contrôle est dans un trou de 3mm à la surface de la matrice) et la densité finale se trouve alors légèrement plus importante que pour AP2. Cette différence de densité reste faible car si moins de courant passe dans le corps granulaire pour AP2, les échauffements locaux sont probablement plus importants.

Les cycles de frittage SPS interrompus (décrits dans la section 2.3) sans étape de pré-compaction sont présentés en Figure 62.

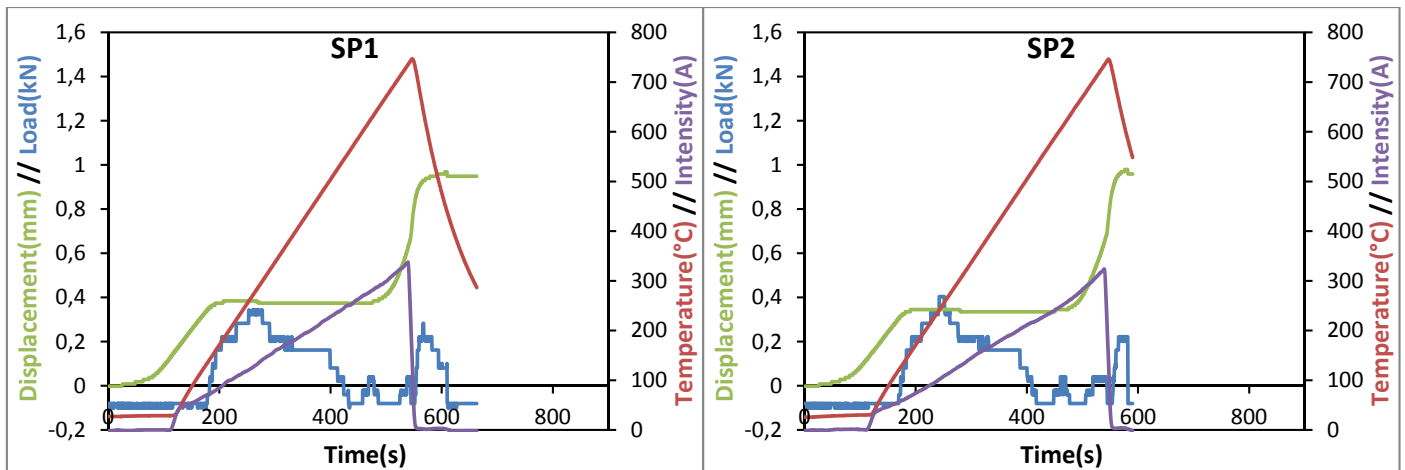


Figure 62 : Cycle de frittage SPS sans pré-compaction.

Pour les essais sans pré-compaction, le comportement de la machine face à l'augmentation de la force du fait de la dilatation thermique est différent des essais avec pré-compaction. Ici, il n'y a pas de pré-compaction mais seulement une force programmée de 0,1kN. A cause des forces de contact plus faibles que 0,1kN avant le début de l'essai, la machine applique une certaine pression hydraulique, ce qui lui laisse une marge de manœuvre lors de la dilatation thermique pour respecter au mieux la consigne. C'est ce qu'il se passe vers 300s : la force enregistrée diminue et atteint un palier jusqu'à environ 400s. Ensuite elle diminue à nouveau du fait du réarrangement granulaire et/ou du début du retrait.

Sur les deux essais, un déplacement est observé avant même que la température ou que la force n'augmente. Indépendamment de la consigne, un courant faible est imposé et couplé à la force minimale de 0,1kN provoque ce déplacement. Par ailleurs, il est également présent sur la Figure 61 mais rapidement estompé par l'application de la pré-compaction à 25MPa. Ce phénomène a été étudié (non présenté ici) et ne provoque pas de consolidation du cru. Il est donc négligé.

Les données relevées (F_{cont} , F_{vide} , T_{fritt}) et calculées (densité relative et puissance électrique dissipée maximale) des essais SPS sans pré-compaction sont reportées dans le Tableau 25.

Tableau 25 : Données relevées et calculées des essais SP1 et SP2.

Essai	Masse	F _{cont}	F _{vide}	T _{fritt}	Densité relative	Puissance électrique dissipée maximale
SP1	850mg	-0,6kN	-1,1kN	630±5°C	70±1%	976±35W
SP2	870mg	-0,6kN	-1,0kN	628±5°C	70±1%	925±33W

Dans le cas des essais sans pré-compaction, toutes les données relevées sont extrêmement proches les unes des autres. Cependant, la puissance électrique dissipée maximale présente un écart mais plus faible que les essais avec pré-compaction (5% contre 8%). Concernant les températures macroscopiques de début de frittage, elles sont également très proches (630°C pour SP1 et 628°C pour SP2).

3.1.2. Discussion

Les températures macroscopiques de début de frittage et les puissances électriques dissipées maximales pour chaque essai sont reprises dans le Tableau 26.

Tableau 26 : Températures macroscopiques de début de frittage.

Essai	AP1	AP2	SP1	SP2
T _{fritt}	576°C	587°C	630°C	628°C
Puissance électrique dissipée maximale	1151±37W	1060±36W	976±35W	925±33W

Des différences significatives sont observées sur les températures macroscopiques de début de frittage entre les essais avec et sans pré-compaction. Les essais avec pré-compaction ont des températures macroscopiques de début de frittage plus basses que les essais sans pré-compaction. Les effets de surchauffe locale dans le corps granulaire de SP1 et SP2 semblent ne pas réduire T_{fritt}. Cette conclusion est cependant à nuancer car une force deux fois plus importante (0,8kN contre 0,4kN) s'applique dans le cas des essais avec pré-compaction du fait de la dilatation thermique. Il faudrait avoir des forces de compression liées à la dilatation thermique identiques afin de pouvoir affirmer que les effets de surchauffe locale ne diminuent pas T_{fritt}.

La puissance électrique dissipée maximale est supérieure dans le cas des essais avec pré-compaction. Du fait de l'application d'une pression de 25MPa, les contacts électriques au sein de la pastilleuse et entre les pistons et les électrodes sont de meilleure qualité¹²⁷ pour les essais avec pré-compaction. Ainsi, les échauffements dus aux résistances électriques de contacts sont diminués et un plus grand courant est alors nécessaire pour atteindre la température de consigne car une plus grande proportion de courant passe par le corps granulaire¹³⁰.

Bien que les proportions de courant passant dans les corps granulaires soient différentes entre les deux types d'essais, aucune différence notable de densité relative ne peut être

constatée (environ 70%). La plus faible proportion de courant passant dans le corps granulaire lors des essais sans pré-compaction (donc l'énergie de chauffage locale disponible) est donc compensée par des échauffements locaux (aux contacts entre les granules) plus importants. Autrement dit, il y a plus de courant dans le corps granulaire mais moins d'échauffements locaux pour les essais avec pré-compaction et moins de courant dans le corps granulaire mais plus d'échauffements locaux pour les essais sans pré-compaction.

L'effet de la pré-compaction sur les phénomènes spécifiques au frittage SPS du TA6V peut donc être négligeable à l'échelle macroscopique. Il convient donc d'aller chercher des informations plus locales. Des observations en coupe des microstructures au niveau des cous sont donc réalisées par MEB dans les sections 3.2 et 3.2.2 suivantes. Il semble donc que les phénomènes prédominant lors du frittage soient différents (diffusion, électromigration ou déformation plastique) selon les paramètres de compaction initiaux. Cependant, les densités relatives finales sont similaires.

3.2. Observation par MEB des zones de cous en coupe après frittage SPS

Afin d'avoir des informations complémentaires quant aux phénomènes mis en jeu lors du frittage SPS du TA6V, les pastilles obtenues sont coupées en deux par micro tronçonnage (voir Figure 49 dans le Chapitre 2). Les microstructures des cous sont observées par MEB sur une des demi-lunes obtenues. C'est l'objet de la section 3.2.1. Les "natures" des cous (description dans la section 3.2.2) sont comptabilisées et comparées. C'est l'objet de la section 3.2.2.

3.2.1. Microstructure des zones de cous

Afin de savoir si les échauffements locaux dépassent T_β , il convient d'observer plus en détail les microstructures des cous (voir Figure 63).

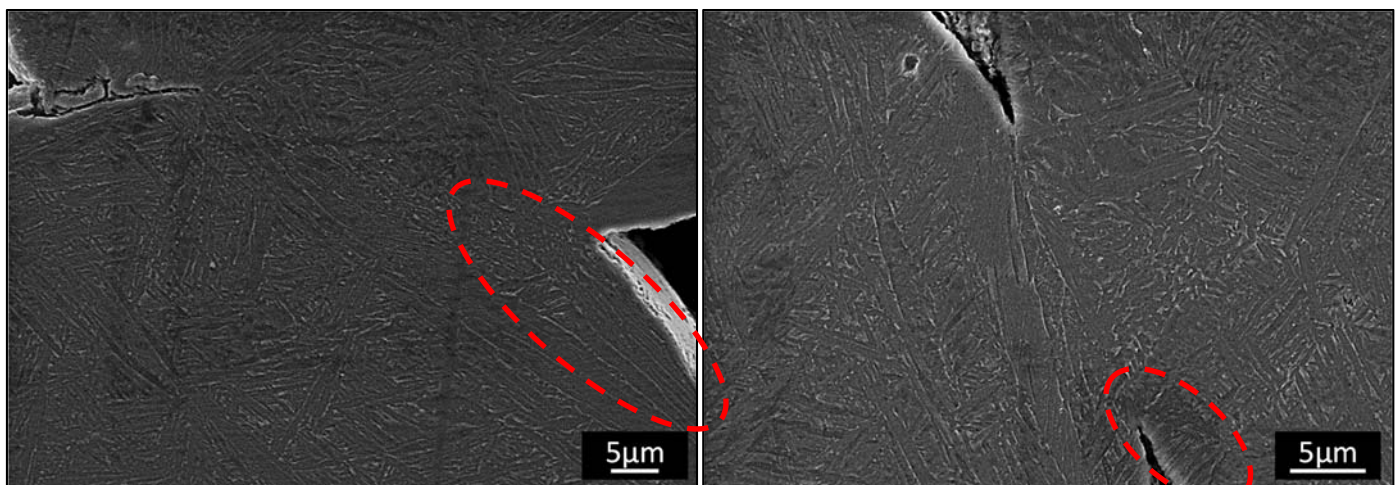


Figure 63 : Microstructure d'AP1 (à gauche) ; Microstructure de SP2 (à droite).

Les observations révèlent que la taille des éléments microstructuraux au niveau des contacts n'est pas plus fine que dans le reste de granule. Ainsi, il n'y a pas de refroidissement depuis le domaine β dans les zones de contact et les points chauds ne dépassent donc pas T_β . Il existe cependant des zones ponctuelles où les lamelles ont des tailles relativement fines (voir cercle rouge sur la Figure 63). Afin de ne pas tirer de conclusions hâtives quant à des effets de points chauds (et donc des effets spécifiques au passage du courant électrique), il convient de comparer ces microstructures issues du cycle de frittage SPS avec des microstructures de granules initiaux ayant subi un traitement thermique simple. Pour cela, 1g de poudre est traitée thermiquement (à une température inférieure à T_β) dans un four à lampe halogène permettant des cinétiques de chauffage et de refroidissement identiques aux essais SPS réalisés dans cette étude. La microstructure des échantillons est présentée en Figure 64.

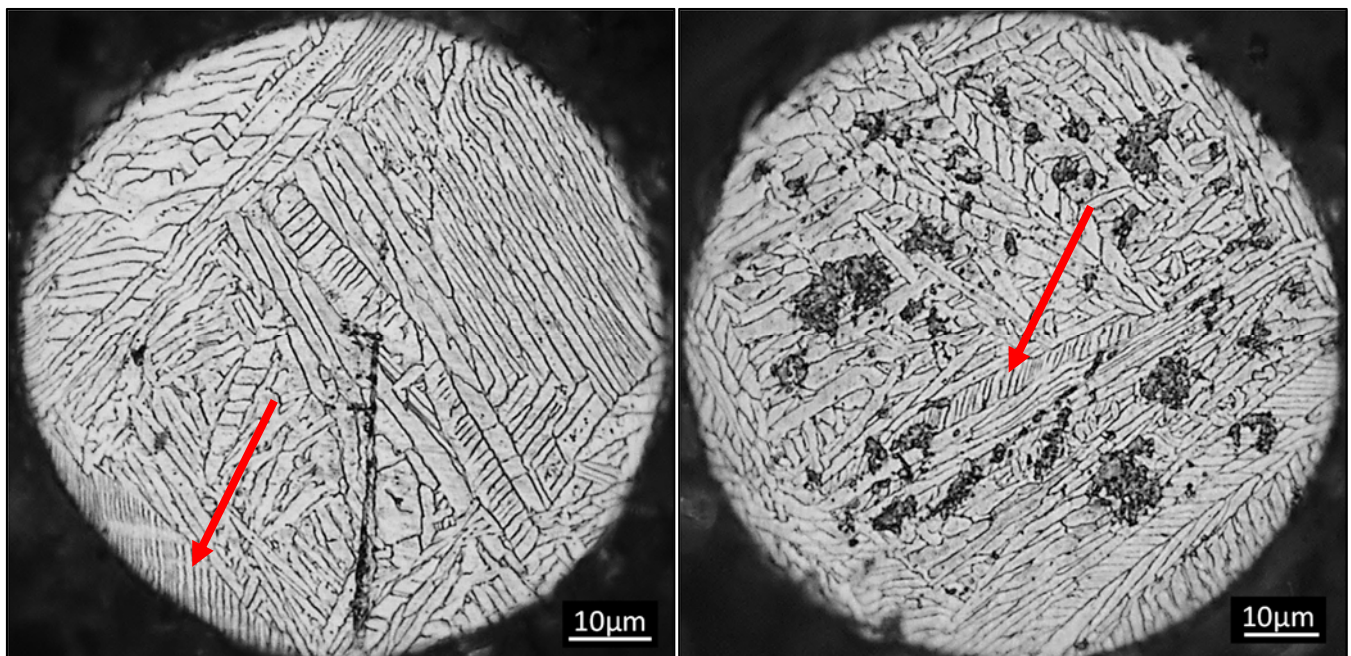


Figure 64 : Microstructures de granules initiaux ayant subi un simple traitement thermique (subtransus) observés en microscopie optique.

L'observation des microstructures des granules initiaux n'ayant subi qu'un simple traitement thermique révèle la présence de zones où les éléments microstructuraux ont des tailles plus fines que dans le reste du granule. Ainsi, la présence de ces zones sur les échantillons frittés SPS (voir Figure 63) ne peut être imputable à des effets de points chauds exclusivement liés au courant électrique contrairement aux conclusions avancées par Diouf et al.¹²⁵ dans leurs travaux.

Les échauffements produits au niveau des cous ne semblent donc pas importants au point de dépasser T_β . Afin de savoir s'ils ont le même effet sur le corps granulaire selon l'état de compaction, leurs "natures" sont comptabilisées et comparées.

3.2.2. Nature des cous

La nature des cous observés est dite "continue" lorsque la microstructure est continue au niveau d'un contact entre deux granules. Elle est dite "discontinue" dans le cas où aucune continuité n'est observée. La Figure 65 illustre ces deux natures. Cependant, une observation en deux dimensions d'un phénomène en trois dimensions ne permet évidemment pas de conclure définitivement sur l'aspect complètement continu ou non d'un contact entre deux granules. En effet, suivant le plan de coupe, il est tout à fait possible qu'un contact discontinu puisse être caractérisé de continu. Cependant, en dénombrant les proportions de chaque nature de cous dans un même plan, il est possible d'avoir des informations quant à la surface des contacts. En effet, plus les surfaces de contacts moyennes entre granules sont grandes, plus il est probable de dénombrer davantage de contacts continus sur une coupe traverse. Une nature continue est donc due à un échauffement local plus important qu'une nature discontinue. Dans ce dernier cas, la part de la déformation plastique est alors plus importante puisque les densités relatives finales des échantillons sont identiques. Pour les natures continues, les surfaces de contacts étant plus grandes alors que la pression appliquée est plus faible (voir section 3.1), des phénomènes de diffusion ou d'électromigration peuvent en être à l'origine.

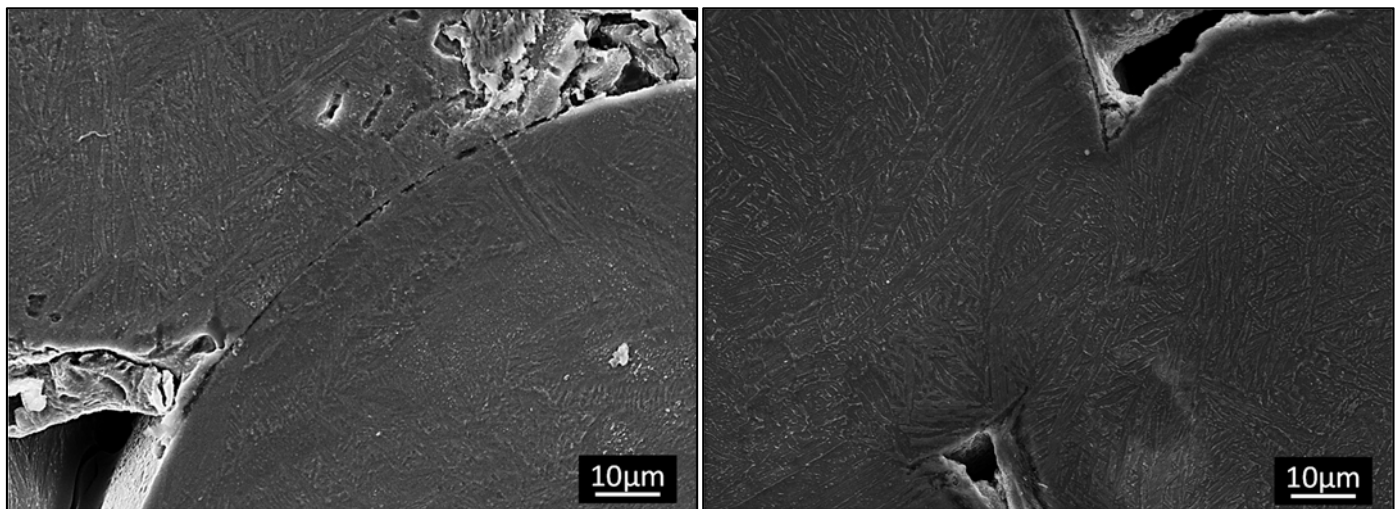


Figure 65 : Microstructure discontinue (à gauche) ; Microstructure continue (à droite).

Les coupes des échantillons sont observées au MEB. Une centaine de cous par échantillon est observée et leurs natures sont comptabilisées. Le Tableau 27 regroupe les résultats de ces observations.

Tableau 27 : Proportion des natures de contacts pour les essais avec et sans pré-compaction.

Echantillon	Continue	Discontinue
AP1	49±5%	51±5%
AP2	57±5%	43±5%
SP1	80±5%	20±5%
SP2	78±5%	22±5%

Dans le plan de coupe observé, un équilibre entre les contacts de nature continue et discontinue est constaté pour les essais avec pré-compaction (AP1 et AP2) tandis qu'il y a une très grande majorité de contacts continus pour les essais sans pré-compaction (SP1 et SP2). Il semble donc qu'une plus faible surface totale de contacts dans le corps granulaire avant frittage SPS (essais sans pré-compaction) engendre de plus grandes surfaces de contacts entre les granules après frittage SPS par la présence de points chauds plus importants (dûs à des densités de courants plus importantes). La pré-compaction semble donc diminuer les échauffements aux contacts entre granules.

Cependant, il faut encore une fois prendre en compte la plus grande pression due à la dilatation thermique lors des essais de frittage avec pré-compaction. En effet, il est possible que ce surplus de pression masque les effets intrinsèques des échauffements locaux par de la déformation plastique.

Le dénombrement de la nature des cous révèle que des phénomènes différents sont présents en proportions différentes selon l'état de compaction du corps granulaire. Sans pré-compaction, une densité de courant locale importante produit des points chauds permettant d'obtenir des surfaces de cous plus grandes que pour les essais avec pré-compaction. Avec la pré-compaction, les densités de courant locales sont réduites à cause d'une plus grande surface de contact totale entre granules mettant en place plus de chemins de circulation du courant. Sans la pré-compaction, une part plus importante de phénomènes de diffusion semble être présente pouvant être couplés à de l'électromigration et/ou de la déformation plastique (les forces de compressions sont plus faibles mais les échauffements locaux sont probablement plus importants et permettent une déformation plastique). Avec la pré-compaction, les phénomènes de diffusion sont moins importants à cause d'échauffements locaux plus faibles et les surfaces de contacts semblent donc plus faibles. Cependant, une part de déformation plastique est présente mais n'assure pas une continuité microstructurale au contact entre granules.

L'observation de la surface de cous peut apporter davantage d'information sur les phénomènes mis en jeu.

3.3. Observation des surfaces des cous sur des faciès de rupture

L'observation des zones de contacts entre les granules sur les faciès de rupture permet d'accéder à des informations complémentaires sur la formation des cous. Pour cela, la demi-lune restante de chaque échantillon (cf. section 3.2) est plongée dans de l'azote liquide pendant environ 5 minutes puis brisée en deux. Les faciès sont ensuite observés au MEB et présentés dans ce qui suit.

Les échantillons présentent plusieurs morphologies de contact. Celle présentée sur la Figure 66 est commune à tous les échantillons et correspond à un contact d'un granule contre un autre et à la déformation plastique de leurs surfaces. D'autres morphologies sont présentées en Figure 67 et Figure 68.

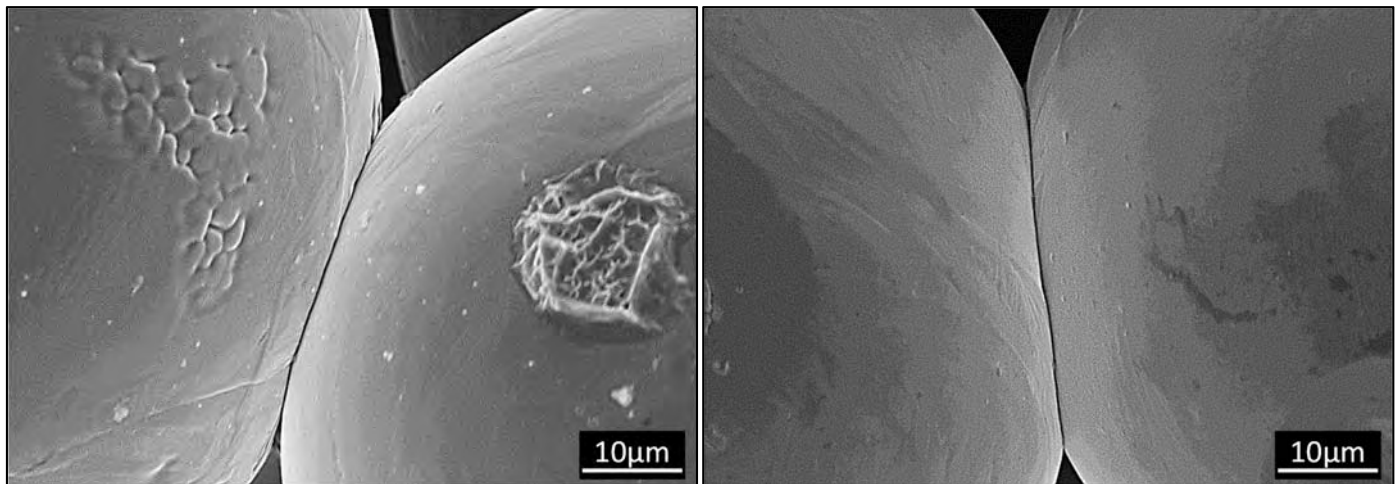


Figure 66 : Morphologie de contact commune à tous les échantillons.

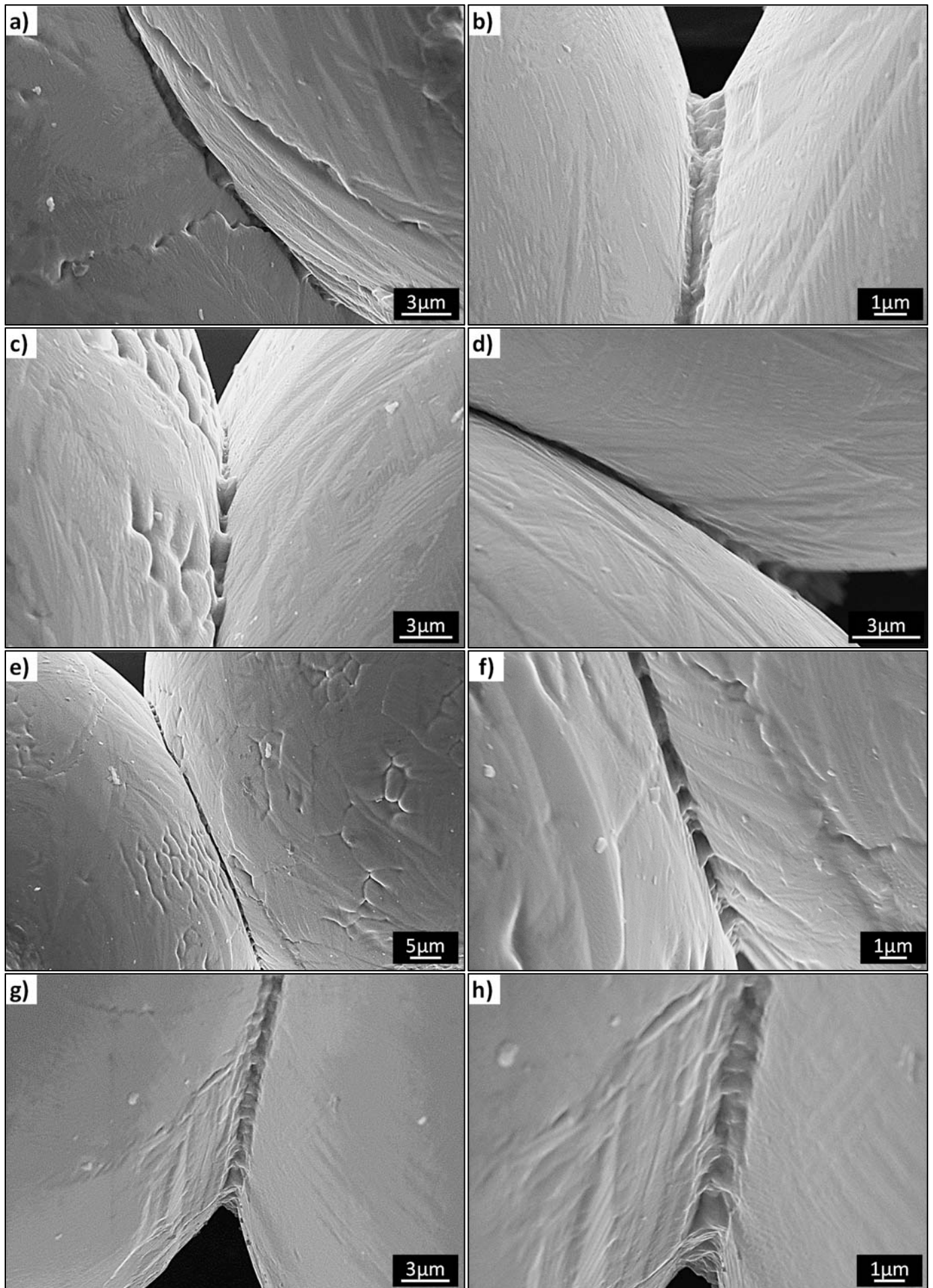


Figure 67 : Morphologie des contacts des échantillons AP1 (a,b,c,d) et AP2 (e,f,g,h).

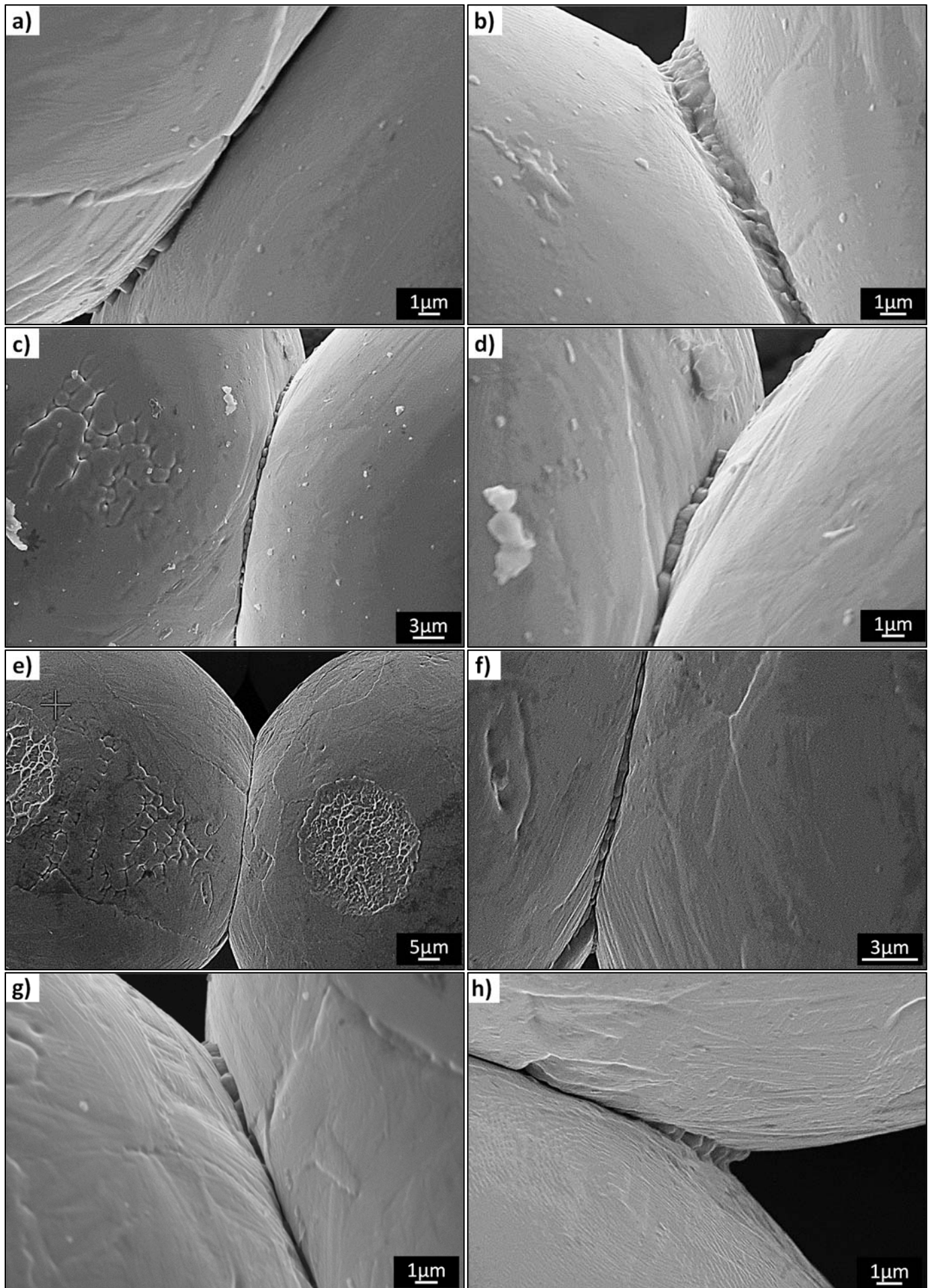


Figure 68 : Morphologie des contacts des échantillons SP1(a,b,c,d) et SP2(e,f,g,h).

Sur les essais avec pré-compaction (Figure 67), tous les cous observés au niveau des contacts (en plus de ceux présentés à la Figure 66) ont une forme concave et régulière en "u" (voir Figure 69). Ils sont plus ou moins continus autour du contact. Rien ne permet de conclure à une éventuelle fusion locale.

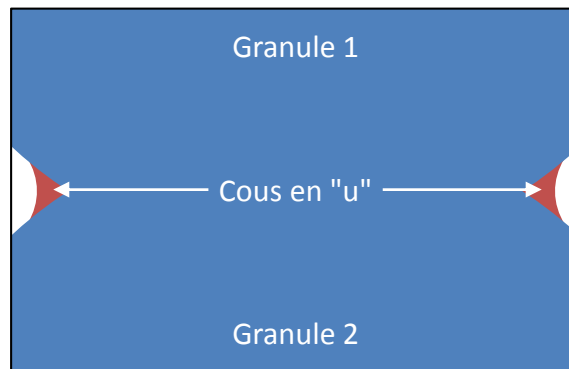


Figure 69 : Morphologie des contacts rencontrés dans les essais avec pré-compaction; les cous sont concaves, en "u".

Les cous en "u" sont également observés au niveau des contacts pour les essais sans pré-compaction. Cependant, une forme de cous convexe en "n" se forme également lors de ces essais (voir Figure 68 et le schéma de la Figure 70) en proportion beaucoup plus faible (non quantifiée). Cela laisse supposer que la matière s'est "écoulée" probablement à cause de températures plus élevées que dans les essais avec pré-compaction. Cependant, la présence de fusion est à écarter car l'observation des microstructures ne révèle aucunement la présence de microstructure plus fine au niveau des contacts (Figure 63).

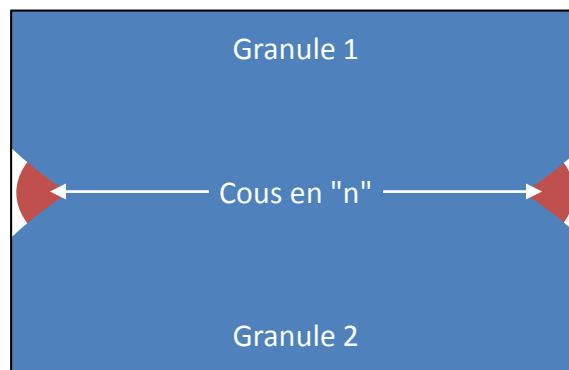


Figure 70 : Morphologie des contacts rencontrés dans les essais sans pré-compaction; les cous sont concaves, en "n".

Aman et al.¹²⁶ évoquent des phénomènes d'électromigration comme responsables de la forme non conventionnelle (pas en "u") des cous formés lors du frittage SPS sans pression de poudre de cuivre. Des conclusions similaires sont apportées par Frei et al.⁹¹. Cependant, autour des cupules des échantillons SP1 et SP2, aucun trou n'est présent contrairement aux observations des derniers auteurs⁹¹ (voir Figure 71).

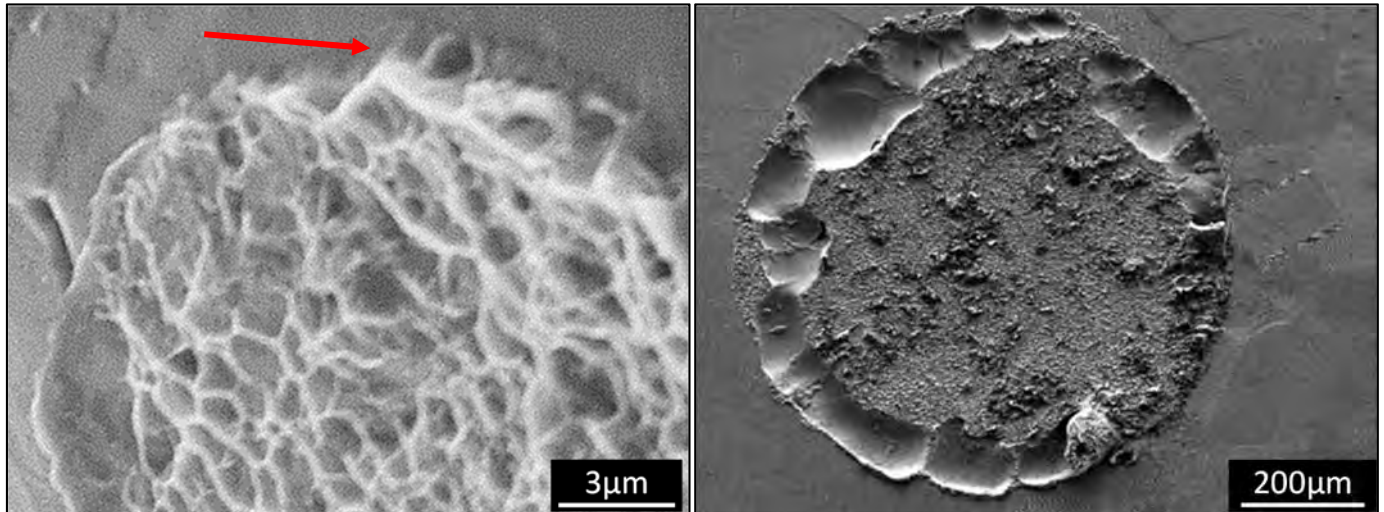


Figure 71 : A gauche, zone de cupule sur SP1 entourée d'une surface non creusée (flèche rouge). A droite, trous creusés par l'électromigration dans les travaux de Frei et al.⁹¹.

L'électromigration n'explique donc pas à elle seule la forme en "n" des cous observés sur les essais sans pré-compaction (SP1 et SP2). Les morphologies des cous ainsi que les quantifications des natures de cous suggèrent qu'un échauffement local plus important se produit pour des essais sans pré-compaction. Cet échauffement génère donc une diffusion de la matière provoquant l'augmentation de la proportion des natures de contacts continues décrites dans la section 3.2.2 et donc de la surface des cous présents lors des essais sans pré-compaction.

Afin de quantifier les surfaces des cous, des analyses par microtomographie sont menées.

3.4. Aire des surfaces de cous et connectivité des granules

Les observations de surface faites précédemment ne peuvent prendre en compte l'ensemble de la matière formant le contact. En utilisant la microtomographie, il devient possible d'accéder à des informations liées à la morphologie entière des granules et donc des contacts entre granules. Il est alors possible d'obtenir les surfaces des contacts entre granules et de les corrélérer aux phénomènes mis en jeu au cours du frittage.

Les mesures de microtomographie ont été réalisées sur des prélèvements d'environ 1,5x1,5x1,5mm des échantillons AP1 et SP1 (le volume est limité par la nécessité d'avoir un signal de rayons X suffisamment intense en sortie d'échantillon). La zone de prélèvement correspond au centre de la pastille frittée (voir carré rouge sur la Figure 72).

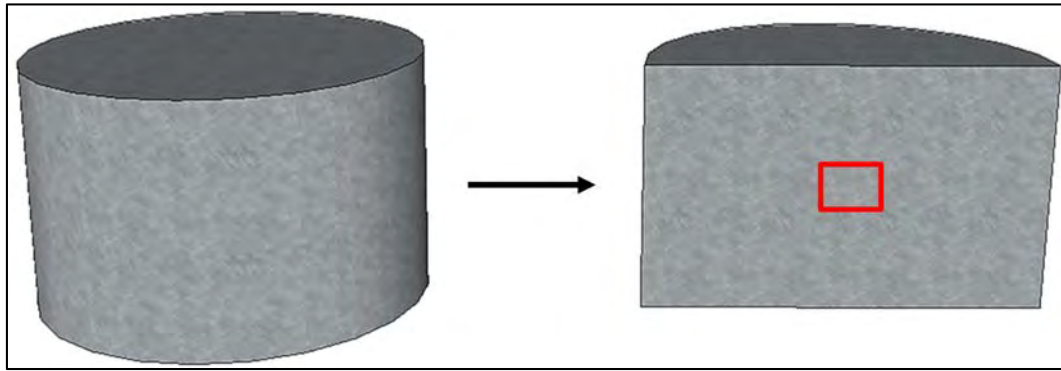


Figure 72 : Représentation schématique de la zone de prélèvement des échantillons utilisés en microtomographie.

Une série d'image en niveau de gris est obtenue. Le logiciel Datosx¹²² couplé au microtomographe permet alors de reconstruire en trois dimensions l'objet analysé. Une représentation numérique du volume est alors obtenue. Puis, une étape de traitement d'image, réalisé sur le logiciel Imorph¹²³, est essentielle pour identifier les voxels (cubes équivalents des pixels mais en trois dimensions) des différents milieux (solide/pore).

Grâce à un histogramme en niveau de gris (voir Figure 73), présentant deux pics bien distincts par un plateau, une valeur seuil est fixée par l'utilisateur au logiciel (trait en pointillés). Cette valeur seuil permet de "binariser" l'image, c'est-à-dire de séparer en deux classes chaque voxel en lui attribuant une couleur noire ou blanche (selon que le voxel représente le milieu poreux ou solide). A partir de ce premier traitement, il est alors possible de connaître la densité relative du volume analysé.

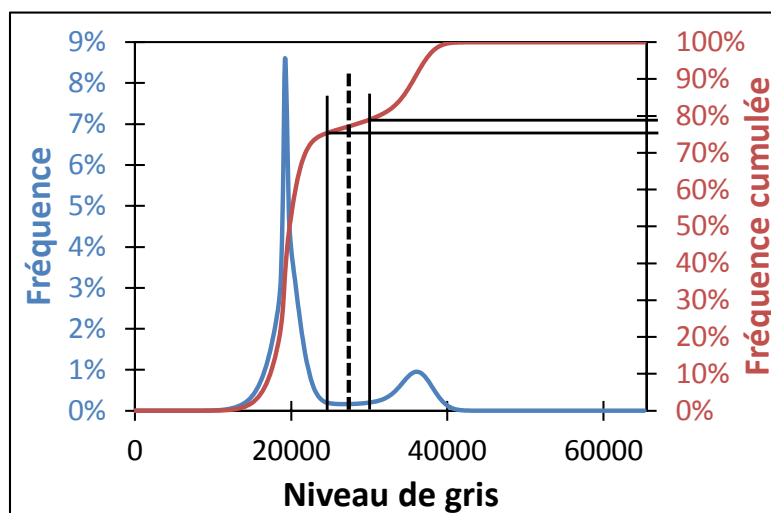


Figure 73 : histogramme en niveau de gris issu de l'analyse par microtomographie du volume analysé de TA6V fritté par SPS.

Les densités relatives obtenues à partir de la microtomographie (incertitudes déterminées grâce aux traits pleins noirs sur la Figure 73) ainsi que celles obtenues à partir de mesures géométriques sont présentées dans le Tableau 28.

Tableau 28 : Densités relatives d'AP1 et d'SP1 obtenues par mesures géométrique et par microtomographie.

	AP1		SP1	
	Mesures géométriques	Microtomographie	Mesures géométriques	Microtomographie
Densité relative	71±1%	76±2%	70±1%	78±2%

Les valeurs de densités relatives obtenues par microtomographie sont plus élevées que celles obtenues par mesures géométriques. Ce résultat peut paraître surprenant mais les observations qui seront présentées dans la section 0 du Chapitre 5 révèlent que la température est plus importante au cœur de la pastille (dans le volume analysé). Il est alors logique d'obtenir des valeurs de densité relatives plus importantes sur un volume d'analyse correspondant au cœur d'une pastille.

Ces résultats indiquent cependant que des analyses sur les échantillons prélevés au cœur ne peuvent donner qu'une tendance sur les résultats étudiés. Il faudrait analyser des volumes de matière prélevés à d'autres endroits. Cela n'a pas été réalisé dans ces travaux.

Les valeurs obtenues par microtomographie sont cependant assez proches bien que l'essai sans pré-compaction (SP1) présente une densité relative légèrement plus importante. Les échauffements locaux davantage exacerbés au centre de la pastille peuvent être à l'origine de ces résultats.

Les volumes générés par l'analyse tomographique haute résolution peuvent être très lourds en mémoire (plusieurs giga-octets), ce qui peut ralentir significativement, voire rendre impossibles, les analyses morphologiques. Pour remédier à cela et mener à bien les analyses statistiques qui vont suivre, une région d'intérêt est sélectionnée dans le volume analysé. La plus grande zone permettant la réalisation des calculs correspond à un volume de 0,6x0,6x0,6mm.

Pour extraire les paramètres statistiques de la région d'intérêt, il faut procéder à la segmentation des granules, c'est-à-dire les isoler les uns des autres dans la représentation en trois dimensions. La segmentation est basée sur un algorithme de "ligne des partage des eaux" dont le principe est le suivant^{131,132}: un relief est progressivement immergé par montée des eaux, l'inondation se fait à partir de "source d'eaux", aussi appelées marqueurs (Figure 74a). A chaque fois que la hauteur de l'eau atteint l'altitude d'un minimum régional, un nouveau bassin versant est créé. A chaque fois que deux bassins se rencontrent, une "digue" est construite empêchant ainsi leur fusion (Figure 74b). L'ensemble de ces digues forme la ligne de partage des eaux. Une fois tout l'espace solide

"inondé" et les "digues" formées, les granules sont numériquement segmentés (Figure 74c). En trois dimensions, la ligne de partage des eaux correspond à la surface des cous.

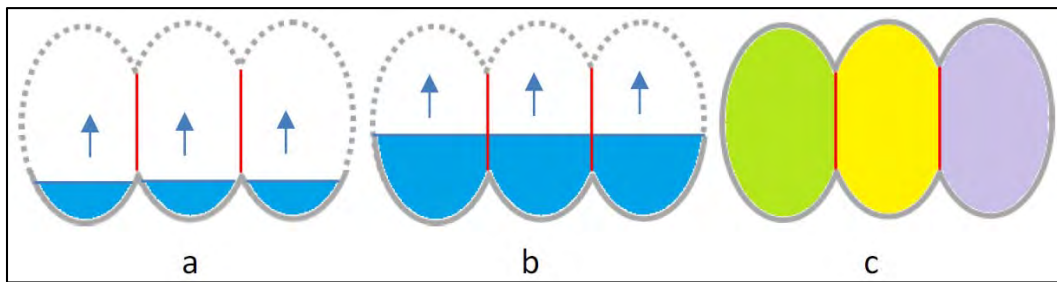


Figure 74 : Schéma de principe de la segmentation des cellules par l'algorithme de ligne de partage des eaux¹³³. a) montée des eaux ; b) formation des digues ; c) segmentation des granules.

Dans le milieu solide, le logiciel identifie des éléments constitutifs du volume analysé (sous forme d'ellipsoïde). Ici, ces éléments constitutifs correspondent aux granules. Ils sont caractérisés par trois paramètres a , b et c correspondant aux longueurs des demi-axes de l'ellipsoïde équivalent dont les vecteurs associés sont orthogonaux entre eux. L'orientation des granules est définie par deux angles : l'élévation φ et l'azimut θ (voir la Figure 75) représentés dans un référentiel orthonormé fixe (x , y , z).

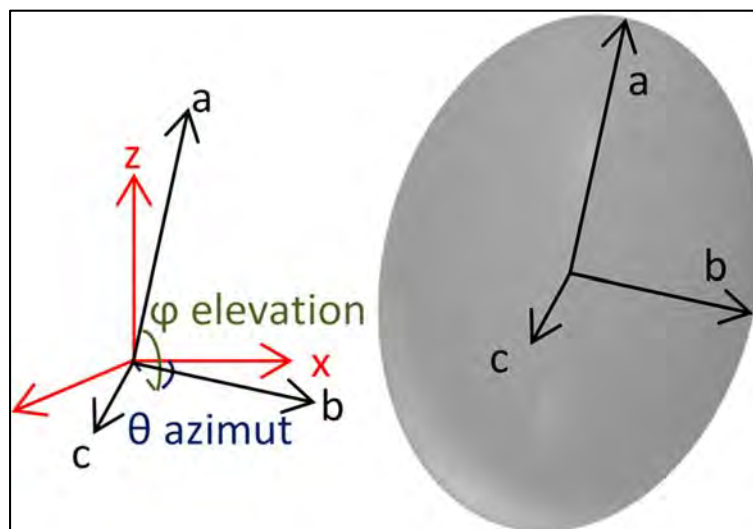


Figure 75 : Paramètres a , b et c des ellipsoïdes identifiés par le logiciel (granules) et orientation (élévation φ et azimut θ)¹³³.

Une fois tous les traitements terminés, il est possible d'accéder aux informations de surface des cous, de connectivité et de sphéricité des granules.

110 granules pleins (c'est-à-dire entièrement contenus) sont présents dans la région d'intérêt pour AP1 et 98 pour SP1. Il y a 738 cous pleins pour AP1 et 703 pour SP1. Seuls les granules et cous pleins sont retenus afin de ne pas fausser les résultats.

La connectivité des granules dans la zone d'intérêt est de 8,9 pour AP1 et de 8,6 pour SP1. L'essai de frittage avec pré-compaction augmente donc bien la quantité de contacts.

Les surfaces des cous obtenues pour chacun des échantillons sont représentées sur la Figure 76.

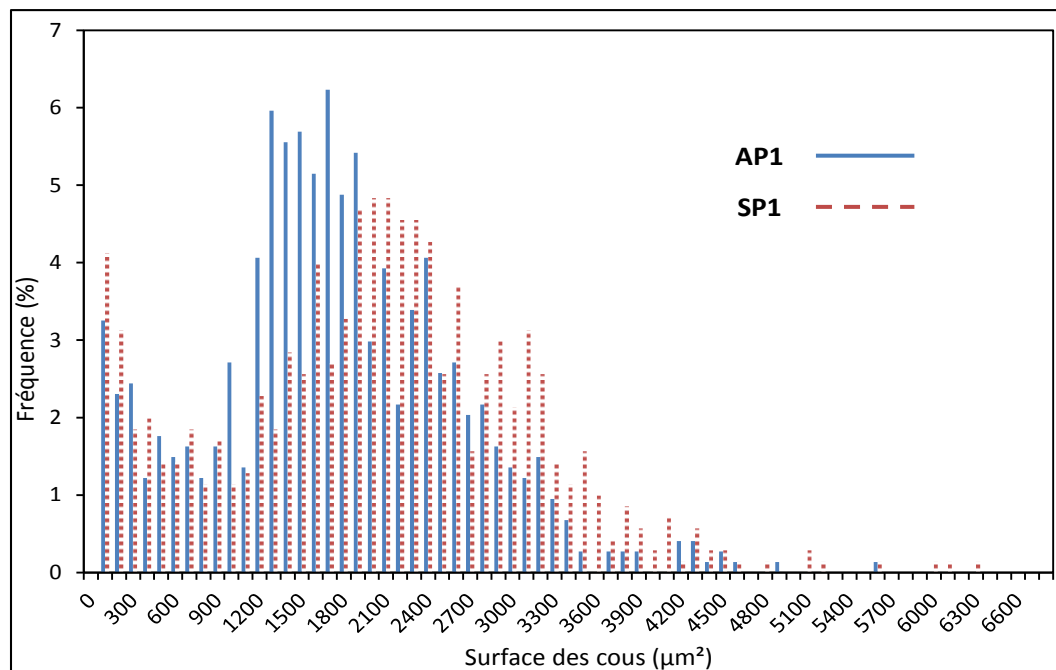


Figure 76 : Distribution de la surface des cous pour AP1 et SP1 obtenus par microtomographie.

L'histogramme de la fréquence des surfaces de cous dans les deux échantillons révèle que la plus grande fréquence se situe autour de 1500 à 1600µm² pour AP1 (avec pré-compaction) et autour de 2100 à 2200µm² pour SP1 (sans pré-compaction). La moyenne d'AP1 est d'environ 1700µm² et celle de SP1 est de 2000µm². De plus, la surface totale des cous est de 1,38mm² pour SP1 et de 1,25mm² pour AP1, ce qui indique que la densité de courant est plus importante dans le cas des essais sans pré-compaction. Ces résultats corroborent les observations faites dans la section 3.2.2. Les surfaces moyennes et totales de cous plus importantes ainsi que la connectivité plus faible indiquent donc bien qu'un plus grand échauffement a lieu au niveau des contacts du fait des densités de courant locales plus importantes pour l'essai sans pré-compaction. Les phénomènes en jeu lors de la densification semblent donc bien différents bien qu'ils conduisent à des états de densification similaires.

4. Isolation électrique du corps granulaire

4.1. Cycle de frittage

Afin de dissocier les effets thermiques et électriques sur le frittage SPS, le corps granulaire est isolé électriquement par l'ajout d'une pastille dense d'alumine entre la poudre et le piston (de chaque côté du corps granulaire)¹³⁰. Les cycles de frittage SPS sont présentés en Figure 77 (à gauche, essai isolé avec pré-compaction IAP; à droite, essai isolé sans pré-compaction ISP ; la lettre "I" est ajoutée pour "isolation").

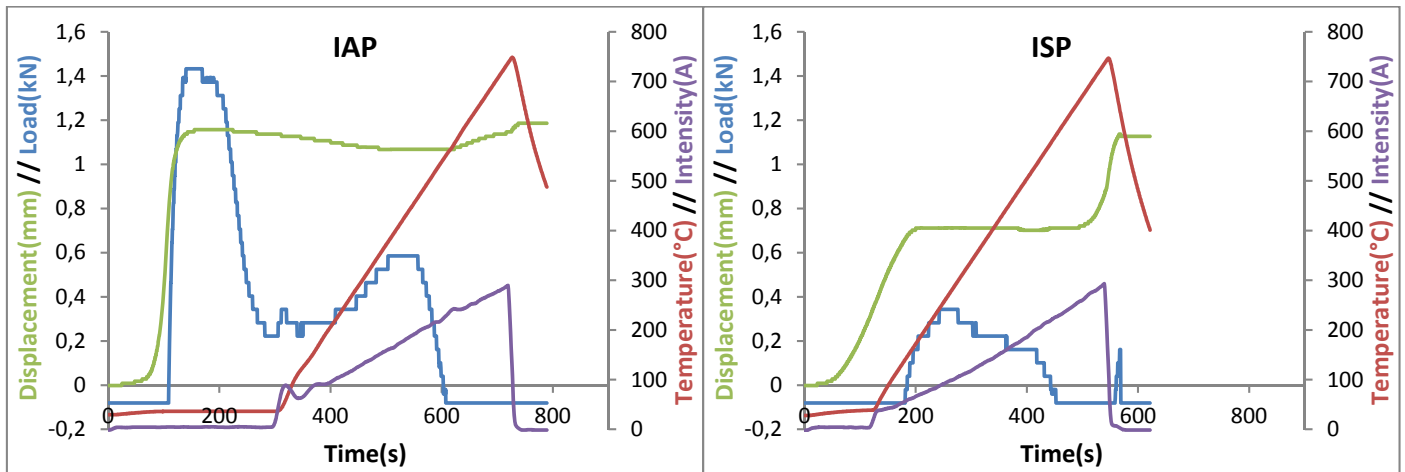


Figure 77 : Cycle de frittage SPS avec isolation électrique. A gauche, avec pré-compaction. A droite, sans pré-compaction.

Les comportements des essais avec isolation électrique sont quasiment identiques aux essais sans isolation électrique. Les courbes enregistrées des essais avec isolation électrique ont des profils identiques aux courbes enregistrées des essais sans isolation électrique. Les données relevées (F_{cont} , F_{vide} , T_{fritt}) et calculées (densité relative et puissance électrique dissipée maximale) des essais avec isolation électrique sont reportées dans le Tableau 29. Les puissances électriques dissipées maximales et les températures de début de frittage des essais sans isolation électrique sont également reportées (valeurs moyennes).

Tableau 29 : Données relevées et calculées des essais IAP et ISP.

Essai	Masse	F_{cont}	F_{vide}	Densité relative	Puissance électrique dissipée maximale	Température de début de frittage
IAP	890mg	-0,9kN	-1,2kN	$68 \pm 1\%$	$833 \pm 30\text{W}$	$575 \pm 5^\circ\text{C}$
ISP	885mg	-0,7kN	-1,2kN	$69 \pm 1\%$	$760 \pm 30\text{W}$	$659 \pm 5^\circ\text{C}$
AP				$70 \pm 1\%$	$1106 \pm 37\text{W}$	$582 \pm 5^\circ\text{C}$
SP				$70 \pm 1\%$	$951 \pm 35\text{W}$	$629 \pm 5^\circ\text{C}$

Comme dans le cas des essais sans isolation électrique, la puissance électrique dissipée maximale est plus importante pour l'essai avec pré-compaction que pour l'essai sans pré-compaction. La température de début de frittage est également plus basse pour IAP que pour ISP.

Une différence entre les essais avec isolation électrique et sans isolation électrique est observée sur l'intensité du courant appliquée par la machine et donc la puissance électrique dissipée maximale. Par rapport à la puissance électrique dissipée maximale des essais avec isolation électrique, la puissance électrique dissipée maximale des essais sans isolation électrique est supérieure de 33% pour les essais avec pré-compaction et de 25% pour les essais sans pré-compaction. Avec l'isolation électrique du corps granulaire, une quantité de courant plus faible est nécessaire pour atteindre la même température de consigne. Cela confirme qu'une certaine proportion de courant passe par le corps

granulaire quand celui-ci n'est pas isolé. En effet, avec l'isolation électrique, tout le courant est utilisé pour chauffer la matrice sans "pertes" à travers le corps granulaire.

En calculant le quotient de la différence de courant utilisée avec ou sans isolation électrique de la poudre de TA6V pour chaque type d'essai (avec ou sans pré-compaction) par l'intensité maximale appliquée dans un essai sans isolation électrique, il est possible de déduire un ordre de grandeur de la proportion de courant passant à travers le corps granulaire en première approximation (voir Équation 17).

$$\frac{\text{Intensité(sans isolation)} - \text{Intensité (avec isolation)}}{\text{Intensité (sans isolation)}}$$

Équation 17

Le Tableau 30 reprend les valeurs d'intensité maximales relevées pour chaque essai.

Tableau 30 : Intensité maximale du courant appliquée pour chacun des essais.

	AP1	AP2	IAP	SP1	SP2	ISP
Intensité maximale (A)	362	351	290	338	324	293

Ainsi, d'après cette hypothèse, la proportion du courant passant par le corps granulaire à la fin du cycle imposé est située entre 17 et 20% pour un essai avec pré-compaction et entre 10 et 13% pour un essai sans pré-compaction. Dans leurs travaux, Misawa et al.¹³⁰ mesurent une proportion de courant passant à travers un corps granulaire de cuivre grâce à une sonde magnétique. Plus la densification est importante et plus le courant passant par le corps granulaire est important (voir Figure 78).

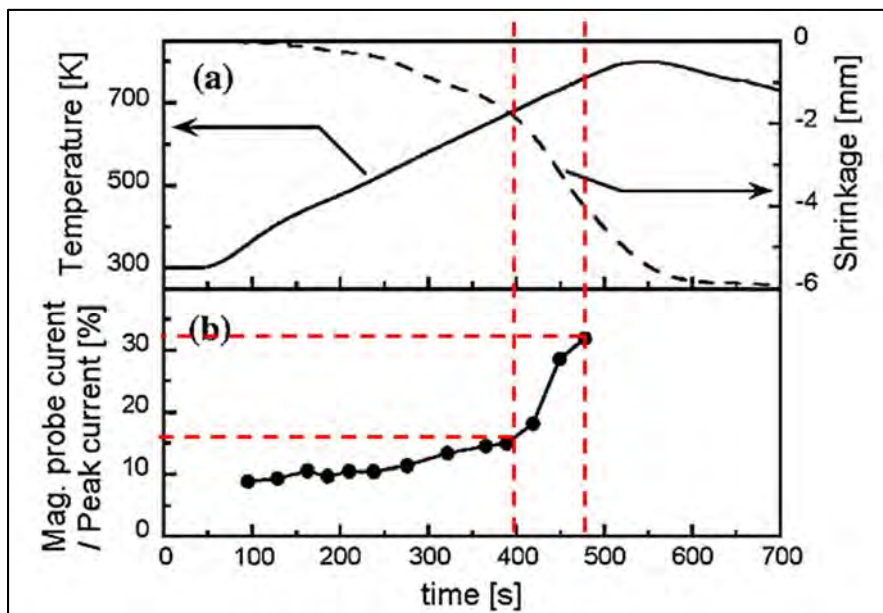


Figure 78 : Evolution avec le temps du courant dans le corps granulaire lors du frittage d'une poudre de cuivre. a) Température de l'outillage de frittage et retrait, b) proportion de courant passant dans le corps granulaire.¹³⁰

Juste avant que le retrait n'atteigne sa vitesse maximale, les auteurs mesurent une proportion de courant passant dans le corps granulaire d'environ 16%. Cette valeur augmente jusqu'à 30% lorsque le frittage avance. D'un point de vue de l'avancement du frittage du TA6V, les résultats obtenus dans ces travaux de thèse se situent entre les bornes schématisées par les pointillés rouges sur la Figure 78. Les valeurs de proportion de courant passant par le corps granulaire obtenues pour les essais avec pré-compaction sont du même ordre de grandeur que celles mesurées par les auteurs. Cependant, la conductivité électrique du TA6V ($5,4.10^5$ à $6,1.10^5 \Omega^{-1}.m^{-1}$)¹¹⁵ plus faible que celle du cuivre (de $1,9.10^7$ à $5,6.10^7 \Omega^{-1}.m^{-1}$)⁶ devrait conduire à diminuer la proportion de courant passant par le corps granulaire.

Les valeurs calculées dans ces travaux de thèse restent donc des ordres de grandeur. Cependant, elles sont cohérentes entre elles : avec pré-compaction, les contacts entre les pistons et le corps granulaire sont de meilleure qualité et donc une plus grande proportion de courant passe par le corps granulaire. Les contacts étant moins bons pour les essais sans pré-compaction, la proportion de courant passant dans le corps granulaire est plus faible.

4.2. Nature des cous

Tout comme les essais sans isolation électrique, la nature des contacts au sein d'IAP et d'ISP a été comptabilisée (sur une centaine de cous). Le Tableau 31 regroupe les résultats des essais avec isolation électrique ainsi que les résultats des essais sans isolation électrique.

Tableau 31 : Proportion des natures de contacts pour chaque échantillon.

Echantillon	Continue	Discontinue
IAP	90±5%	10±5%
ISP	68±5%	32±5%
AP1	49±5%	51±5%
AP2	57±5%	43±5%
SP1	80±5%	20±5%
SP2	78±5%	22±5%

Les résultats obtenus peuvent paraître surprenants. En effet, en isolant électriquement le corps granulaire, un des effets attendu est la diminution de sa température réelle. Cela devrait avoir pour effet d'exacerber les microstructures discontinues (car la température serait trop basse pour permettre la diffusion de matière). Cependant, Tamburini et al.¹²⁷ montrent dans leurs travaux que pour une même densité de courant, la température atteinte par un matériau isolant est plus importante qu'un matériau conducteur lors d'un frittage SPS. En ajoutant les pastilles d'alumine de part et d'autre du corps granulaire,

la poudre est "isolée" électriquement. Le corps granulaire subit des effets thermiques purs. En améliorant la qualité des contacts avec la pré-compaction, la chaleur générée par le passage du courant lors de l'essai est mieux conduite et la température atteinte par le corps granulaire d'IAP est donc plus élevée. La diffusion peut alors jouer un rôle plus important que pour les essais sans isolation électrique. Pour ISP, la faible qualité des contacts conduit à de plus faibles températures au sein du corps granulaire. La proportion de contact avec microstructure continue se trouve réduite par rapport aux essais sans isolation électrique.

Un effet du courant électrique est clairement mis en évidence par la modification de la continuité microstructurale au niveau des cous contrairement aux conclusions annoncées par Trzaska et al.¹³⁴ dans leurs travaux sur le frittage SPS du TiAl.

4.3. Faciès de rupture

Afin d'observer les différences éventuelles sur la surface des cous lors d'un frittage avec isolation électrique du corps granulaire, les demi-lunes des échantillons sont brisées et observées au MEB. Les images sont présentées à la Figure 79.

Les cous observés des échantillons avec isolation électrique ont tous une forme conventionnelle en "u", qu'ils soient frittés avec ou sans pré-compaction. L'absence de cous en "n" lorsque le courant électrique est dévié du corps granulaire est une preuve supplémentaire qu'il a un impact sur le frittage.

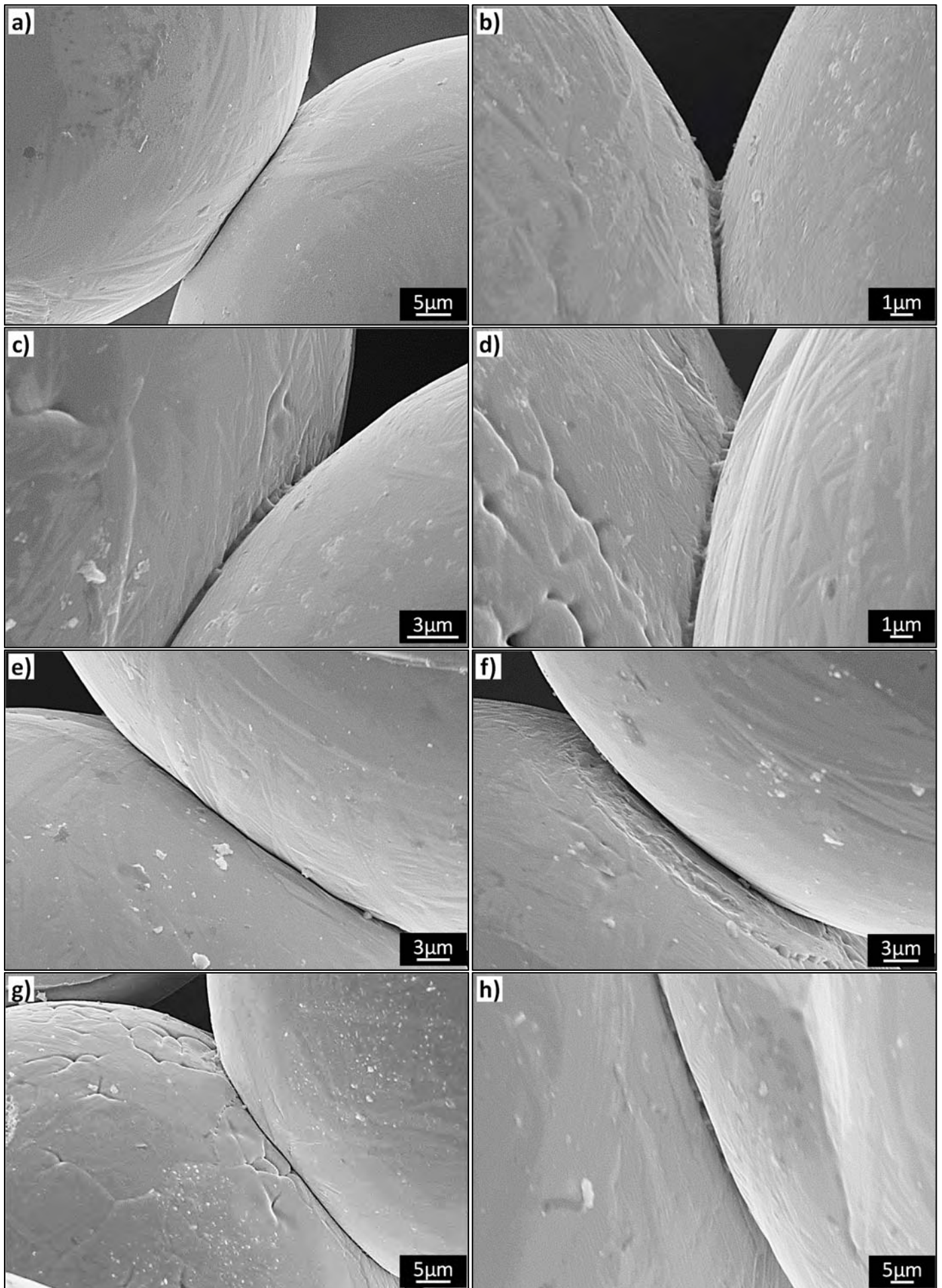


Figure 79 : Morphologie des contacts dans IAP (a,b,c,d) et ISP (e,f,g,h).

5. Conclusions

L'objectif de ce chapitre était d'identifier le cas échéant des phénomènes spécifiques liés au frittage SPS du TA6V en fonction de l'état de compaction du corps granulaire et de la quantité de contacts entre granules.

Deux corps granulaires ont été préparés pour tenter de mettre en évidence d'éventuels phénomènes particuliers du frittage du TA6V par SPS. Ainsi, en appliquant une pré-compaction de 25MPa sur le corps granulaire avant le lancement de l'essai SPS, l'état de compaction a été augmenté (passant de 62,9% à 63,8%) tout comme la connectivité moyenne des granules (passant de 8,5 à 8,7).

En comparant les intensités du courant délivré par la machine sur des pastilleuses où le corps granulaire est isolé électriquement ou non, la proportion de courant a été estimée à environ 19% dans le cas des essais avec pré-compaction et à environ 12% dans le cas des essais sans pré-compaction (estimation réalisée par des essais supplémentaires avec isolation électrique du corps granulaire). La microtomographie a permis de mettre en évidence que les surfaces des cous (moyenne et totale) des essais sans pré-compaction sont plus importantes que les essais avec pré-compaction. Du fait d'une plus faible proportion de courant passant dans le corps granulaire des essais sans pré-compaction, un plus faible échauffement de l'ensemble du corps granulaire a probablement lieu mais semble compensé par davantage d'échauffements locaux (au niveau des contacts entre granules). Des formes de cous irrégulières sont également observées (en faible proportion) sur les faciès de rupture des essais sans pré-compaction. Les échauffements locaux ne font toutefois pas dépasser T_p lors de la formation des cous. Des effets d'électromigration dus aux densités de courant locales augmentées peuvent être à l'origine de ces formes irrégulières.

Toutes les différences observées sont cependant relativement faibles. Par exemple, les résultats de microtomographie nécessitent de réaliser des mesures dans davantage de zones d'une même pastille et avec davantage d'échantillons afin de dégager des tendances nettes. De plus, les proportions de cous de formes irrégulières observées dans le cas des essais sans pré-compaction n'ont pas été quantifiées mais sont très faibles (moins de 25%). Enfin, toutes les densités relatives mesurées après les essais SPS sont très proches de 70%. Sur les premiers instants du frittage, il n'y a donc pas de phénomènes spécifiques significatifs dû à un état de compaction différent.

Si toutefois les différences observées avaient une influence, l'aspect aléatoire de la constitution du corps granulaire (empilement difficile à reproduire) rendrait difficile la

répétabilité des essais de frittage SPS sans pré-compaction. Ainsi, dans le Chapitre 5 traitant de la relation frittage SPS-microstructure-propriétés en traction, les essais sont réalisés avec pré-compaction dans le but d'homogénéiser au mieux les résistances électriques de contacts ainsi que les chemins de conduction du courant dans le corps granulaire entre les différents essais.

Chapitre 4. Modélisation du frittage SPS du TA6V

Contenu

1. Introduction.....	139
2. Présentation du modèle : lois physiques	140
2.1. Description du modèle de Norton-Green	140
2.2. Loi de fluage en compression sur matériau dense.....	142
2.3. Loi de fluage en compression sur matériau poreux.....	142
2.4. Compaction de poudre en pastilleuse SPS.....	143
2.5. Identification de c et de f	143
3. Description de l'instrumentation et des essais de fluage et de compaction	144
4. Caractérisation des échantillons avant essais de fluage	147
4.1. Pion dense de TA6V.....	147
4.2. Pion poreux de TA6V	148
5. Détermination des paramètres du modèle	148
5.1. Essais de fluage sur TA6V dense	148
5.2. Essais de fluage sur TA6V poreux et compaction de poudre	150
6. Validation du modèle.....	152
6.1. Essais de comparaison	152
6.2. Discussion.....	152
7. Effet de la microstructure sur les essais de fluage et le modèle	153
7.1. Essais de fluage sur pions denses élaborés par SPS	154
7.2. Essais de densification sur poudre recuite.....	157
7.3. Discussion.....	161
8. Conclusions.....	161

1. Introduction

La métallurgie des poudres, dont le frittage SPS fait partie, présente des avantages en matière de contrôle des cotes et d'aspect de surface des pièces finales. Elle permet également des économies de matière en utilisant seulement ce qui est nécessaire grâce par exemple à l'élaboration d'outillages adaptés. Les étapes de fabrication sont alors réduites, en limitant par exemple les étapes d'usinage, et les coûts peuvent alors être maîtrisés.

Cependant, élaborer des pièces de formes complexes reste un problème à résoudre. Prévoir et contrôler les températures et les cinétiques de densifications des pièces, donc les microstructures, lors du processus de fabrication sont des étapes incontournables pour passer à l'échelle industrielle et diversifier les domaines d'application du procédé SPS. La modélisation par éléments finis est un outil qui s'avère être très efficace pour apporter des solutions aux problèmes à résoudre. En effet, de par son aspect prédictif, elle permet d'anticiper des résultats répondant aux contraintes de l'utilisateur en s'affranchissant de longues campagnes coûteuses d'essais préliminaires.

Un des objectifs de la thèse est d'obtenir des matériaux de formes complexes et à microstructure contrôlée. Un bon moyen pour y parvenir est l'établissement d'un modèle Electro-Thermo-Mécanique-Microstructural (ETMM) qui permettra à l'avenir d'adapter les outillages aux besoins de l'utilisateur.

Sur la partie électro-thermique, Charles Manière a développé un modèle prédictif dans lequel il a identifié les résistances de contact (électriques et thermiques) comme paramètres régissant la distribution de la température dans toute la colonne SPS lors de ses travaux de thèse¹³⁵. Dans cette thèse, ce modèle ne sera pas discuté.

Dans ce chapitre, une première partie est consacrée à l'aspect mécanique et densification du modèle (section 2 à 6) établi en collaboration avec Charles Manière^{135,136}. Un modèle viscoplastique dit d'Abouaf ou de Norton-Green¹³⁷ est utilisé. Le modèle est ensuite validé sur une série d'essai et discuté.

Dans la deuxième partie du chapitre (section 7), l'effet de la microstructure de la poudre initiale sur les paramètres du modèle et sur la densification est vérifié.

2. Présentation du modèle : lois physiques

Dans la littérature, des lois de fluage sont souvent utilisées pour décrire le frittage à travers les modèles d'Olevsky¹³⁸, de Camclay¹³⁹ ou d'Abouaf¹⁴⁰ (autrement nommé Norton-Green¹³⁷). Les paramètres des modèles sont souvent obtenus par analyses inverses à partir de résultats expérimentaux.

Dans le cadre de cette thèse, la loi de Norton-Green qui est décrite dans la section 2.1 suivante est considérée. Les paramètres sont déterminés par des essais in situ SPS afin de se placer dans des conditions les plus proches possibles de l'application du modèle.

2.1. Description du modèle de Norton-Green

Le modèle de Norton-Green est basé sur la loi de fluage de Norton qui s'écrit sous la forme :

$$\dot{\varepsilon}_{\dot{\varepsilon}q} = A \sigma_{\dot{\varepsilon}q}^n \quad \text{Équation 18}$$

avec $\dot{\varepsilon}_{\dot{\varepsilon}q}$ la vitesse de déformation équivalent (en s^{-1}), $\sigma_{\dot{\varepsilon}q}$ la contrainte équivalente (en Pa) et A une fonction dépendante de la température (en $s^{-1}Pa^{-n}$) qui s'écrit sous la forme :

$$A = A_0 \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \quad \text{Équation 19}$$

avec A_0 le facteur préexponentiel (en $s^{-1}Pa^{-n}$), R la constante universelle des gaz parfaits (en $Jmol^{-1}K^{-1}$), Q l'énergie d'activation au fluage (en $Jmol^{-1}$) et T la température absolue (en K).

Dans le cas du frittage, un matériau initialement granulaire puis poreux est considéré. La loi de Norton a donc été modifiée pour prendre en compte cet état de fait et des fonctions c et f ont été introduites pour rendre compte de l'évolution de la densité.

Ainsi, le tenseur du taux de déformation du modèle de Norton-Green s'écrit sous la forme¹⁴¹ :

$$\underline{\dot{\varepsilon}} = A \sigma_{\dot{\varepsilon}q}^{n-1} \left(\frac{3}{2} c \underline{s} + f I_1 \underline{\mathbb{I}} \right) \quad \text{Équation 20}$$

avec \underline{s} le tenseur de contrainte déviateur, I_1 le premier invariant du tenseur de contrainte (la trace du tenseur de contrainte), $\underline{\mathbb{I}}$ le tenseur identité, c et f les coefficients de Green qui sont fonction de la densité relative ρ .¹³⁷

Les expressions de c et f s'écrivent comme suit :

$$c = 1 + a \frac{1 - \rho}{\rho - \rho_{cr}} \quad \text{Équation 21}$$

$$f = k_a \frac{1 - \rho}{\rho - \rho'_{cr}} \quad \text{Équation 22}$$

avec a , k_a des constantes, ρ_{cr} et ρ'_{cr} des densités relatives critiques.

La contrainte équivalente est définie par l'équation suivante :

$$\sigma_{\acute{e}q} = \sqrt{3cJ_2 + fI_1^2} \quad \text{Équation 23}$$

avec J_2 le second invariant du tenseur de contrainte déviateur défini comme suit :

$$J_2 = \frac{1}{6} \left((\sigma_x - \sigma_y)^2 + (\sigma_y - \sigma_z)^2 + (\sigma_z - \sigma_x)^2 + 6(\sigma_{xy}^2 + \sigma_{yz}^2 + \sigma_{xz}^2) \right) \quad \text{Équation 24}$$

Le développement de l'expression du tenseur de contrainte déviateur \underline{s} dans l'Équation 20 donne l'expression du tenseur de contraintes :

$$\underline{\sigma} = A^{-\frac{1}{n}\dot{\epsilon}^{\frac{1}{n}-1}} \left(\frac{2}{3c} \dot{\underline{\epsilon}} + \left(\frac{1}{9f} - \frac{2}{9c} \right) \text{tr}(\dot{\underline{\epsilon}}) \mathbb{I} \right) \quad \text{Équation 25}$$

Le taux de déformation équivalent est défini par la relation suivante :

$$\dot{\epsilon}_{\acute{e}q} = \sqrt{\frac{2}{3c} \dot{\underline{\epsilon}} : \dot{\underline{\epsilon}} + \left(\frac{1}{9f} - \frac{2}{9c} \right) \text{tr}(\dot{\underline{\epsilon}})^2} \quad \text{Équation 26}$$

Pour relier la variation de la densité relative et le changement local de volume, la conservation de la masse s'écrit :

$$\frac{\dot{\rho}}{\rho} = -\text{tr}(\dot{\underline{\epsilon}}) \quad \text{Équation 27}$$

Il est donc nécessaire de déterminer les paramètres A_0 , Q et n et les fonctions c et f pour un matériau considéré.

Une méthodologie a été développée pour déterminer les paramètres de compaction du modèle de Norton-Green. Ces derniers sont obtenus par le biais d'expérimentations réalisées directement avec la machine SPS :

- des essais de fluage sur pions denses de TA6V dense sont à mener afin de déterminer un premier jeu de paramètres (A_0 , Q et n détaillés dans la **section 2.2**).
- des essais de fluage sur pions poreux de TA6V ainsi que des essais de compaction sur poudre permettent ensuite de déterminer des fonctions (notées c et f ; détails dans les sections 2.3 à 2.5).

2.2. Loi de fluage en compression sur matériau dense

Les paramètres A_0 , n et Q sont identifiés par le biais des essais de fluage sur matériau dense qui seront décrits par la suite. A et n sont obtenus par la relation de régression linéaire suivante :

$$\ln(\dot{\epsilon}_{\dot{\epsilon}q}) = \ln(A) + n \ln(\sigma_{\dot{\epsilon}q}) \quad \text{Équation 28}$$

A_0 et Q sont ensuite obtenus par la résolution d'un système d'équations établi grâce aux différentes températures des essais de fluage. Le système est le suivant :

$$\begin{cases} A_{T1} = A_0 \exp\left(\frac{-Q}{RT_1}\right) \\ A_{T2} = A_0 \exp\left(\frac{-Q}{RT_2}\right) \end{cases} \quad \text{Équation 29}$$

Le taux de déformation expérimental peut être calculé avec l'expression de la déformation vraie :

$$\dot{\epsilon} = \frac{d(\ln(\frac{h}{h_0}))}{dt} \quad \text{Équation 30}$$

avec h_0 la hauteur initiale du pion et h la hauteur du pion à un moment donné (en mm).

La contrainte expérimentale peut être calculée avec la force mesurée par la machine et la section S du pion. Si le pion reste cylindrique et dans l'hypothèse de la conservation du volume, la section à tout instant s'écrit :

$$S = S_0 \frac{h_0}{h} \quad \text{Équation 31}$$

avec S_0 la section initiale du pion (en mm²).

2.3. Loi de fluage en compression sur matériau poreux

Le tenseur de contraintes en fluage en compression sur matériau poreux peut se réduire à la forme :

$$\underline{\sigma} = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & \sigma_z \end{pmatrix} \quad \text{Équation 32}$$

avec z l'axe de révolution du pion cylindrique.

L'expression de la contrainte équivalente (Équation 23) peut se réduire à la forme suivante :

$$\sigma_z = |\sigma_z| \sqrt{c + f} \quad \text{Équation 33}$$

En combinant l'Équation 33, l'Équation 32 et l'Équation 20, la première expression d'identification de $c + f$ pour les essais de fluage sur matériau poreux peut être obtenue :

$$|\dot{\epsilon}_z| = A(c + f)^{\frac{n+1}{2}} |\sigma_z|^n \quad \text{Équation 34}$$

2.4. Compaction de poudre en pastilleuse SPS

Le frittage SPS peut être assimilé à une compaction uniaxiale de la poudre dans la pastilleuse le long de l'axe z . Le tenseur macroscopique du taux de déformation peut donc être réduit à la forme suivante :

$$\underline{\dot{\epsilon}} = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & \dot{\epsilon}_z \end{pmatrix} \quad \text{Équation 35}$$

Le taux de déformation équivalente (Équation 26) est donc donné par la relation suivante :

$$\dot{\epsilon}_{\dot{\epsilon}q} = |\dot{\epsilon}_z| \frac{1}{3} \sqrt{\frac{4}{c} + \frac{1}{f}} \quad \text{Équation 36}$$

En combinant l'Équation 36, l'Équation 34 et l'Équation 25, la seconde expression d'identification de $c + f$ pour les essais compaction peut être obtenue :

$$|\sigma_z| = A^{-\frac{1}{n}} |\dot{\epsilon}_z|^{\frac{1}{n}} \left(\frac{1}{3}\right)^{\frac{1-n}{n}} \left(\frac{4}{c} + \frac{1}{f}\right)^{\frac{n+1}{2n}} \frac{1}{9} \quad \text{Équation 37}$$

2.5. Identification de c et de f

Les fonctions c et f peuvent ainsi être obtenues par la résolution du système d'équations suivant :

$$\begin{cases} c + f = \left(\frac{|\dot{\epsilon}_z|}{A|\sigma_z|^n} \right)^{\frac{2}{n+1}} \\ \frac{4}{c} + \frac{1}{f} = \left(9A^{\frac{1}{n}} |\sigma_z| |\dot{\epsilon}_z|^{-\frac{1}{n}} \left(\frac{1}{3}\right)^{-\frac{1-n}{n}} \right)^{\frac{2n}{n+1}} \end{cases} \quad \text{Équation 38}$$

L'expression $c + f$ est obtenue à partir des essais de fluage sur matériau poreux et $4/c + 1/f$ est obtenue à partir des essais de compaction sur poudre.

Pour résumer, cinq paramètres sont nécessaires pour modéliser la compaction de la poudre : A_0 , Q et n avec les essais de fluage sur matériau dense et les fonctions c et f avec les essais de fluage sur matériau poreux et les essais de compaction de la poudre.

3. Description de l'instrumentation et des essais de fluage et de compaction

Les essais de fluage sont réalisés en conditions isotherme, la mesure du déplacement enregistré par le capteur de déplacement de la machine sera considérée pour remonter à la hauteur du pion. Afin de s'assurer que les mesures données par le capteur de position de la machine SPS sont correctes et qu'elles ne sont pas trop perturbées par la dilatation thermique de la colonne SPS, elles vont être comparées à celles enregistrées à l'aide d'une caméra couplée à un logiciel de traitement d'image. La caméra est une Keyence CV-H500C, avec contrôleur CV-X170, d'une précision de 50 μ m, ce qui est largement suffisant puisque la déformation est de plusieurs millimètres. Elle est utilisée pour mesurer l'espacement entre les pistons lors du fluage d'un pion dense de TA6V et ces valeurs seront comparées à celles enregistrées par la machine. Si les valeurs fournies par le capteur de position de la machine SPS sont comprises dans l'intervalle de valeurs obtenues avec la caméra, alors les valeurs enregistrées par la machine pourront être utilisées pour les calculs servant à déterminer les paramètres du modèle.

Une pastilleuse classique ne peut être utilisée ici pour chauffer l'échantillon car il masquerait ce dernier pour l'enregistrement du fluage par la caméra. De plus, un thermocouple doit être placé sur la surface du pion afin de connaître sa température exacte lors de l'essai de fluage. Les essais sont donc menés dans un premier temps avec une configuration sans matrice et avec passage de courant directement par le pion de TA6V dense (voir Figure 80). Ainsi, un essai de fluage a été réalisé à 750°C (palier isotherme) pour des valeurs croissantes de force appliquée (0 à 7kN).

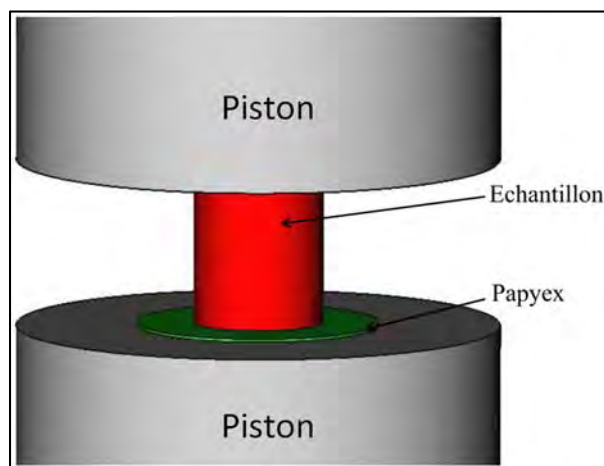


Figure 80 : Configuration d'outillage sans matrice.

Les résultats des essais sont présentés à la Figure 81.

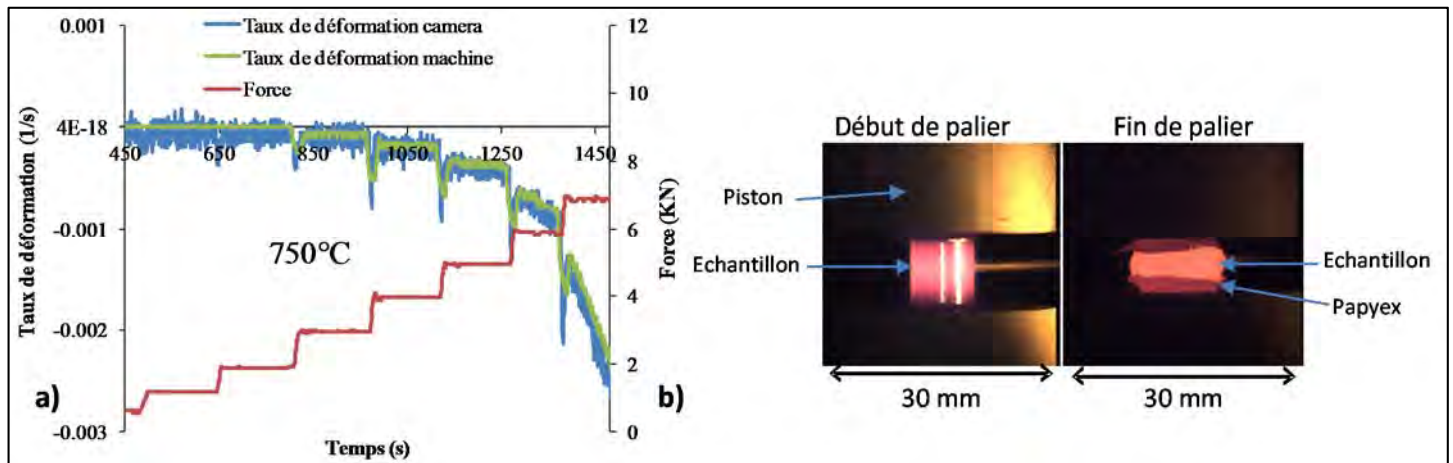


Figure 81 : a) Taux de déformation obtenus à partir des mesures de déplacement prises à la caméra et avec la machine SPS. b) Images obtenues avec la caméra KEYENCE. Un gradient de température est observé le long du pion.

Les courbes des taux de déformations obtenus à partir de la caméra et de l'enregistrement du déplacement par la machine se superposent (Figure 81a). L'équilibre thermique est donc atteint et stable et les mesures de la machine SPS sont donc jugées acceptables pour les calculs. Cependant, Sur la Figure 81b, le pion présente une coloration axiale inhomogène synonyme de gradient thermique conduisant à un "effet tonneau" de celui-ci. Cette configuration n'est donc pas valable pour réaliser les essais de fluage. Une seconde configuration avec chauffage indirect du pion est donc mise en place afin d'éviter les gradients thermiques.

Dans cette seconde configuration, le pion de TA6V est placé entre deux pistons au centre d'une matrice ouverte. Afin d'éviter les gradients thermiques précédemment observés, le pion est isolé électriquement grâce à un spray de nitrure de bore (spray BN) déposé sur les faces des pistons supérieur et inférieur en contact avec ce dernier (voir Figure 82).

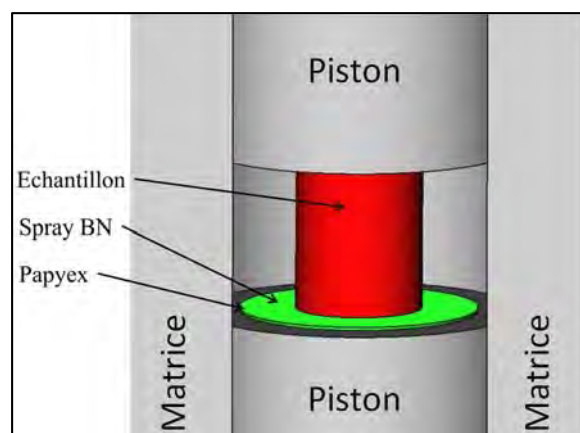


Figure 82 : Configuration "matrice ouverte".

La matrice assure ainsi le chauffage indirect du pion. L'ouverture dans la matrice permet de contrôler l'homogénéité thermique du pion (voir Figure 83). Un thermocouple est également placé au contact du pion afin de mesurer sa température réelle tout du long de l'essai de fluage.

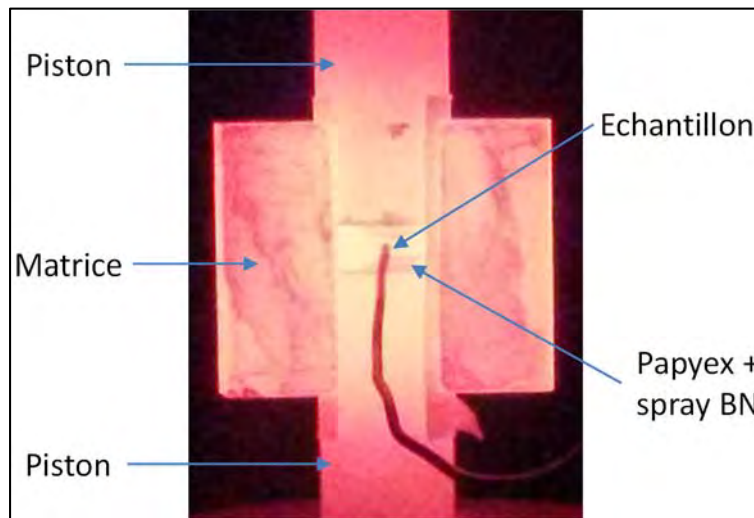


Figure 83 : Image obtenue avec la caméra KEYENCE.

Aucun gradient thermique n'est observé avec la configuration permettant le chauffage indirect de l'échantillon. Cette configuration sera donc utilisée pour la réalisation des essais de fluage.

Les essais de fluage sur matériaux denses sont réalisés avec des pions de TA6V (8mm de diamètre et de 10mm de hauteur) usinés dans des lingots forgés (voir Figure 84a). Ils sont menés à 750, 825 et 900°C avec une vitesse de chauffage de 100°C/min. Hormis les forces de contact, aucune pression n'est appliquée jusqu'au palier isotherme. Une fois la température stabilisée, différents niveaux de force sont appliqués pendant des durées suffisantes pour atteindre une vitesse de déformation stable. Ces vitesses constantes permettent la réalisation des calculs.

Les essais de fluage sur les échantillons poreux sont réalisés de façon similaire (voir Figure 84b) mais seulement à une température de 750°C. Les pions poreux sont obtenus par frittage interrompu à différentes températures (1,7 g de poudre) ayant ainsi des densités relatives de 74% et 88%.

L'essai de compaction de poudre est réalisé avec une pastilleuse classique décrit en section 2.2.1 du Chapitre 2. Une différence existe néanmoins sur le positionnement du thermocouple qui est placé ici au cœur de la poudre (voir Figure 84c) de manière à connaître la température réelle de l'échantillon. Un essai similaire mais sans thermocouple est également réalisé afin de s'assurer que ce dernier n'engendre aucune modification dans

la consolidation du matériau. Aucune pression n'est appliquée jusqu'au palier de 820°C atteint avec une vitesse de chauffage de 100°C/min. Cette température est choisie car elle permet de se placer à des cinétiques de densification adaptées, permettant d'appliquer plusieurs niveaux de forces et ainsi d'obtenir plusieurs points qui sont nécessaires pour remonter aux fonctions recherchées. Après stabilisation thermique, des pressions croissantes sont appliquées successivement jusqu'à densification complète de la poudre.

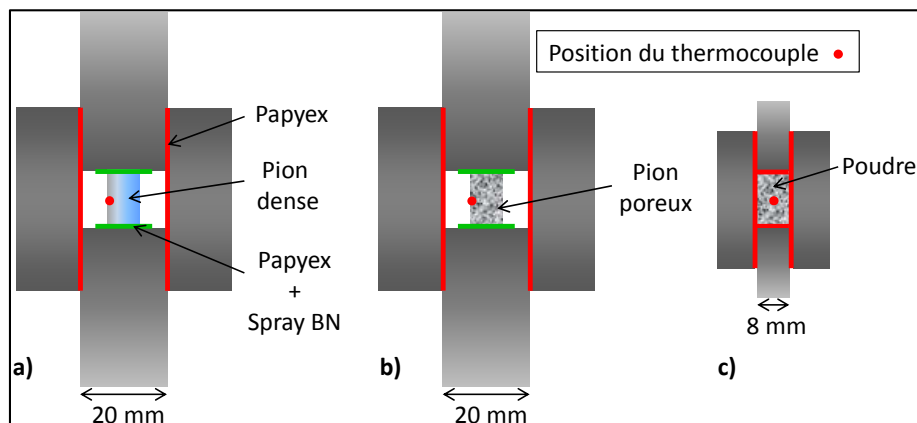


Figure 84 : Configuration des essais de fluage et de compaction. a) essai de fluage sur TA6V dense, b) essai de fluage sur TA6V poreux, c) essai de compaction (configuration SPS classique).

4. Caractérisation des échantillons avant essais de fluage

Les microstructures des échantillons utilisés pour établir le modèle sont caractérisées, celles-ci pouvant avoir un effet sur le comportement en fluage.

4.1. Pion dense de TA6V

La microstructure des pions denses obtenus par usinage dans un TA6V forgé est présentée à la Figure 85. La microstructure est lamellaire et homogène dans tout l'échantillon. La taille moyenne des lamelles est de $2,4 \pm 0,3 \mu\text{m}$. Les ex-grains β ont une taille moyenne d'environ $458 \pm 20 \mu\text{m}$.

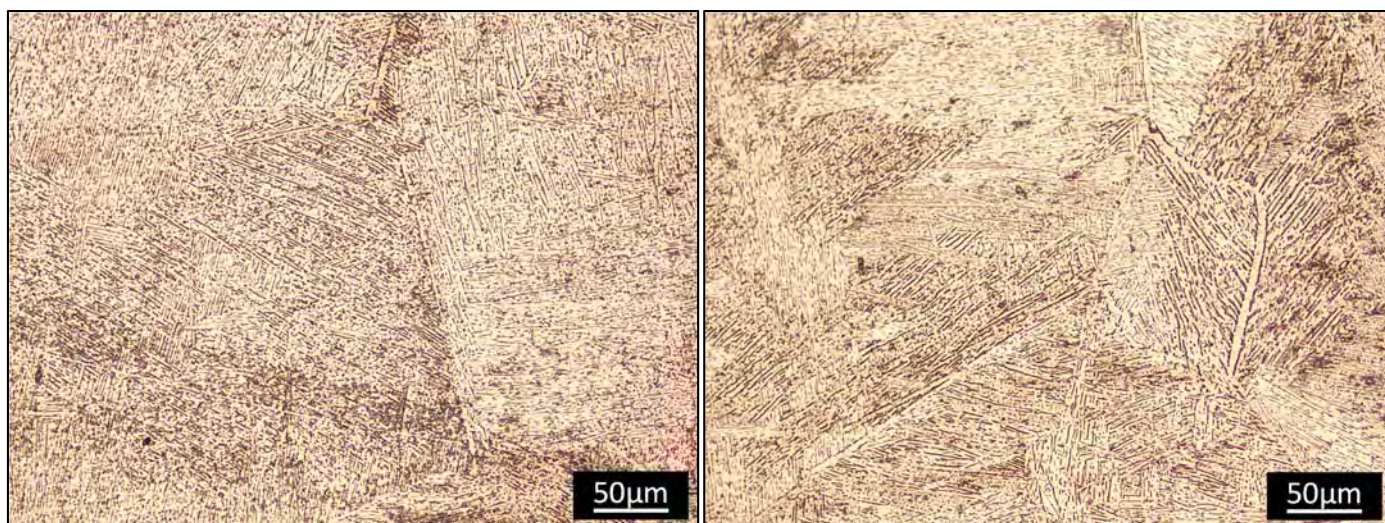


Figure 85 : Microstructure des échantillons denses observées en microscopie optique. La structure est lamellaire.

4.2. Pion poreux de TA6V

Les pions poreux sont obtenus par essais de frittage SPS interrompus à 670°C et 800°C (vitesse de chauffage de 100°C/min, pression appliquée de 25MPa tout le long de l'essai de frittage). Les densités relatives calculées sont respectivement de 74% et de 88%. La microstructure des pions poreux obtenus par essais de frittage SPS interrompus est présentée à la Figure 86.

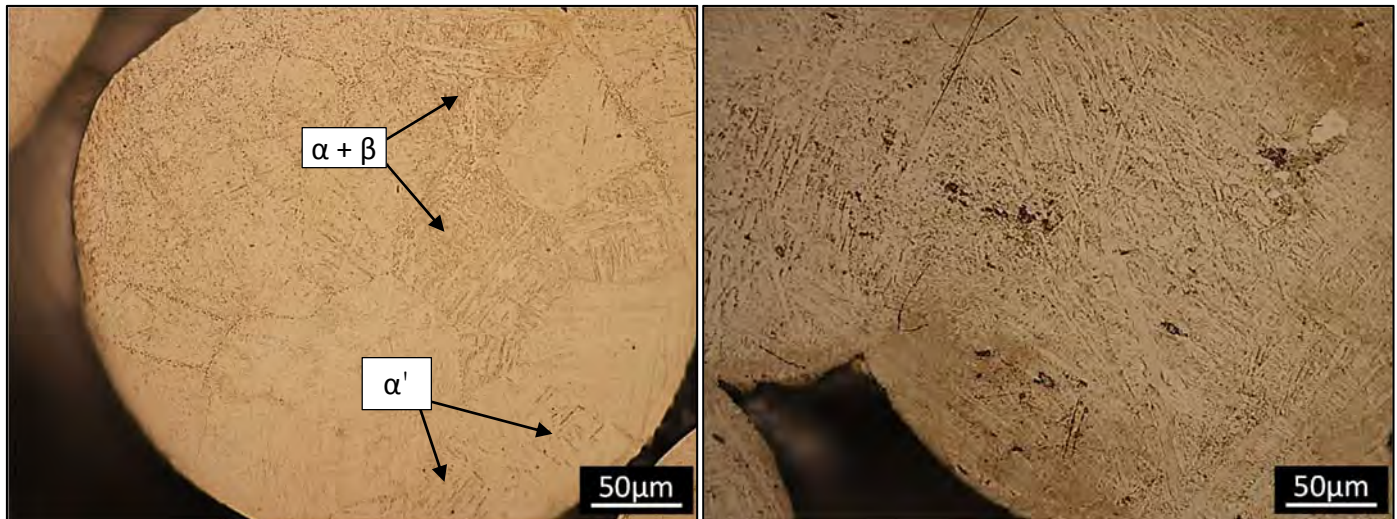


Figure 86 : Microstructure des échantillons poreux obtenus par frittage SPS interrompu observées en microscopie optique. A gauche, le pion obtenu à 670°C. A droite, le pion obtenu à 800°C.

La microstructure des deux échantillons présente des différences par rapport à la microstructure initiale de la poudre. La microstructure de pion fritté à 670°C présente quelques zones encore martensitiques, des zones où la transformation de la martensite a commencé et des zones où la transformation est terminée. Pour l'échantillon fritté à 800°C, la martensite est entièrement transformée et la microstructure obtenue est de type traitée dans le domaine $\alpha + \beta$. Pour rappel, une stabilisation thermique d'environ 30s a lieu avant le lancement des essais de fluage à proprement parler (à 750°C). A cette température, le revenu de la martensite s'effectue en 30s⁴². Lors du fluage, les deux pions poreux ont donc la même microstructure.

5. Détermination des paramètres du modèle

5.1. Essais de fluage sur TA6V dense

La campagne d'essais de fluage sur TA6V dense est conduite aux températures de 750, 825 et 900°C. Les morphologies des pions après essai ainsi que le taux de déformation des pions et la force appliquée en fonction du temps sont reportés sur la Figure 87.

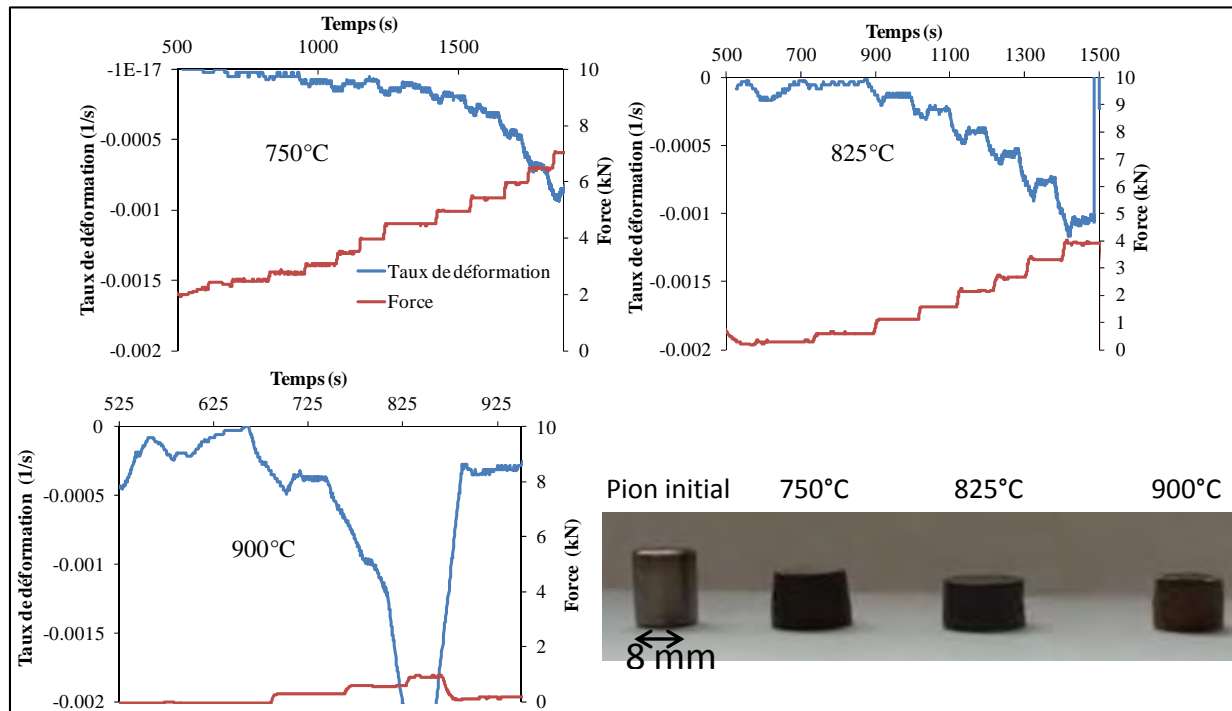


Figure 87 : Taux de déformation et force appliquée en fonction du temps pour les trois températures d'essais et morphologie des pions après essais.

Les taux de déformation deviennent plus importants à mesure que la température de l'essai augmente. Sur chaque palier de force, le taux de déformation est stable.

Les morphologies des pions après essai ne présentent pas d'effet tonneau bien que le pion qui a subi le fluage à 750°C présente une légère asymétrie qui n'est pas préjudiciable.

Le logarithme du taux de déformation en fonction du logarithme de la contrainte des points expérimentaux est tracé sur la Figure 88a.

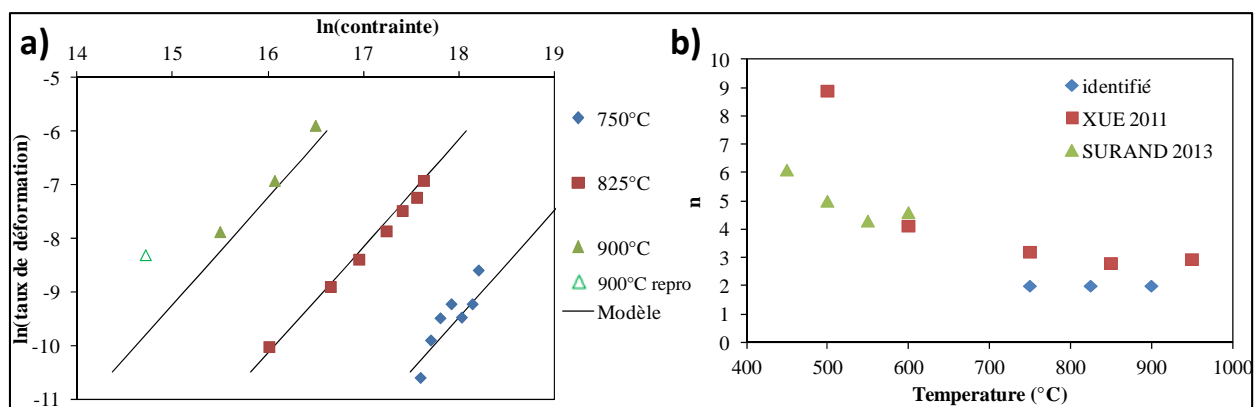


Figure 88 : a) Régression linéaire des points expérimentaux pour différentes températures. b) Valeurs du coefficient n en fonction de la température : comparaison des résultats de cette étude et des résultats de la littérature^{142,143}.

Les paramètres du modèle de fluage de Norton sont déterminés par régression linéaire (Équation 28) à partir des résultats expérimentaux présenté à la Figure 88a. Les paramètres du modèle ont pour valeur : $A_0=30,6s^{-1}Pa^{-n}$; $Q=416Kj/mol$; $n=2$.

$$\dot{\varepsilon}_{\dot{e}q} = 30,6 \times \exp\left(\frac{-4,16 \cdot 10^5}{RT}\right) \sigma_{\dot{e}q}^2 \quad \text{Équation 39}$$

Les valeurs de n tendent vers 2. Les valeurs de n déterminées pour le TA6V dans les travaux de Martin Surand¹⁴² et Xue et.al¹⁴³ montrent que les valeurs de n décroissent fortement pour des températures comprises entre 400 et 700°C et tendent vers des valeurs faibles comprises entre 2 et 3 pour les hautes températures (voir Figure 88b). La principale hypothèse habituellement avancée pour expliquer ce phénomène est que pour les basses températures, les mécanismes de fluage sont principalement gouvernés par des mouvements de dislocations caractérisés par des valeurs de n élevées et à mesure que la température augmente, les phénomènes de diffusion atomique caractérisés par des valeurs de n proches de 1¹⁴⁴ prennent petit à petit l'ascendant, diminuant ainsi la valeur de n .

Le comportement en fluage du TA6V dense étant déterminé, les fonctions c et f peuvent maintenant être déterminées.

5.2. Essais de fluage sur TA6V poreux et compaction de poudre

Les essais de fluage sur TA6V poreux sont constitués d'un palier isotherme (750°C) et isobare. L'objectif est de déterminer les propriétés de densification pour deux valeurs de densités relatives, la densité relative initiale (avant l'essai de fluage) et la densité relative finale (après l'essai de fluage). Les essais sont répétés quatre fois au total afin d'avoir le comportement pour une gamme de densités relatives. Ici, deux essais sont présentés.

Les morphologies des pions après essai sont présentées à la Figure 89. Il n'y a pas d'effet tonneau pour le pion à 74%. Pour le pion à 88%, cet effet est minime. Les essais sont donc considérés comme corrects.

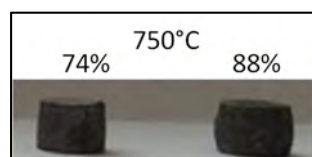


Figure 89 : Morphologie des pions après essai pour une densité initiale de 74% et 88%.

L'essai de compaction de poudre est réalisé à 820°C en utilisant des paliers de pressions successifs jusqu'à densification complète. Les déplacements et la force appliquée en fonction du temps sont reportés sur la Figure 90.

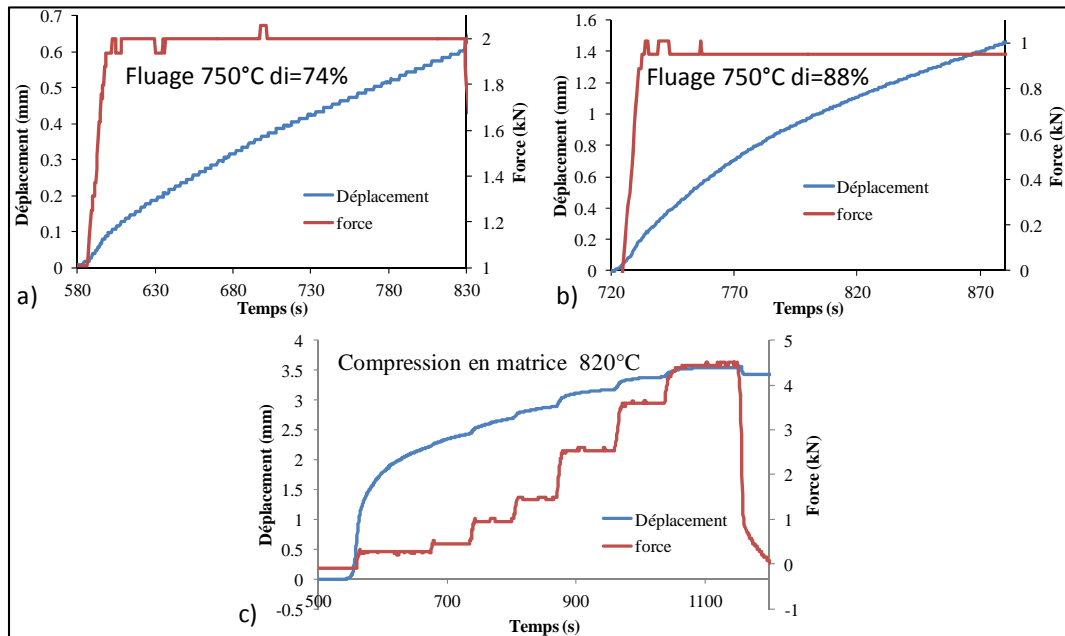


Figure 90 : Déplacements enregistrés lors des essais et force appliquée en fonction du temps. a, b) essai de fluage sur TA6V poreux à 750°C. c) compaction de poudre à 820°C.

A partir des résultats de ces essais et en utilisant l'Équation 34, l'Équation 37 et le système d'Équation 38, les expressions de c et de f sont obtenues (Figure 91) :

$$c = 1 + 130 \times \left(\frac{1 - \rho}{\rho - 0,2} \right)^{1,3} \quad \text{Équation 40}$$

$$f = 0,023 \times \left(\frac{1 - \rho}{\rho - 0,67} \right)^{1,5} \quad \text{Équation 41}$$

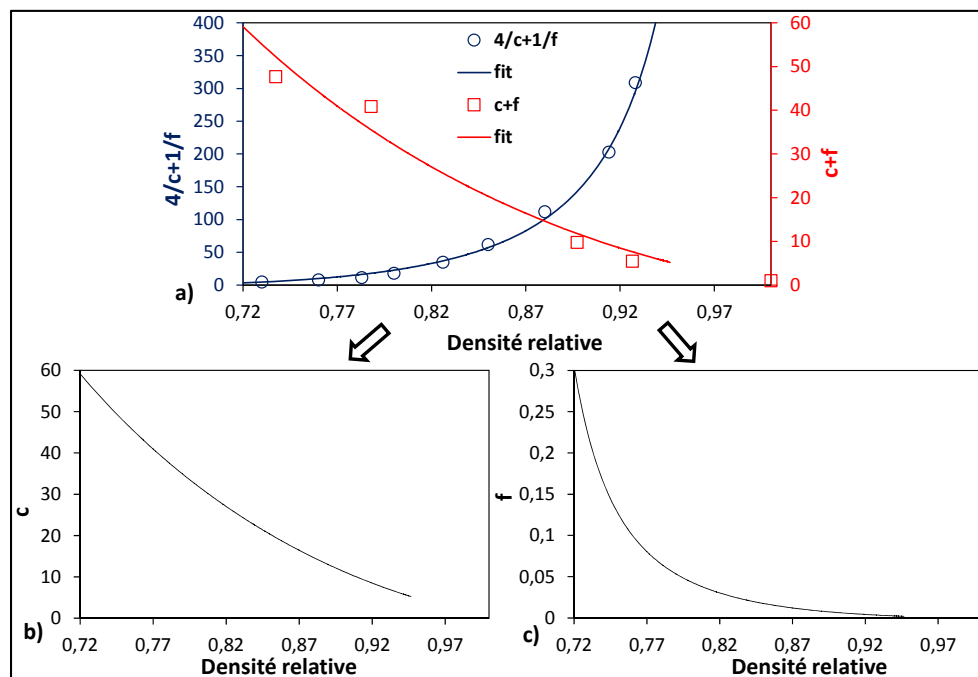


Figure 91 : Détermination des fonctions c et f . a) fonctions expérimentales. b), c) fonctions obtenues.

A ce stade, tous les paramètres du modèle de frittage sont identifiés (A_0 , Q , n , c et f). Pour éprouver sa validité, il est confronté à deux essais indépendants de frittage SPS de la poudre de TA6V. C'est l'objet de la section suivante.

6. Validation du modèle

6.1. Essais de comparaison

Deux essais de frittage SPS indépendants sont réalisés pour comparer les densités relatives expérimentales aux densités relatives simulées par le modèle. Les conditions d'essais sont les suivantes : pastilleuse classique, pression constante de 25MPa, simple rampe de montée à 50°C/min ou 100°C/min jusqu'à une température de consigne de 900°C, 1g de poudre. Les courbes de retrait expérimentales et modélisées sont reportées sur la Figure 92.

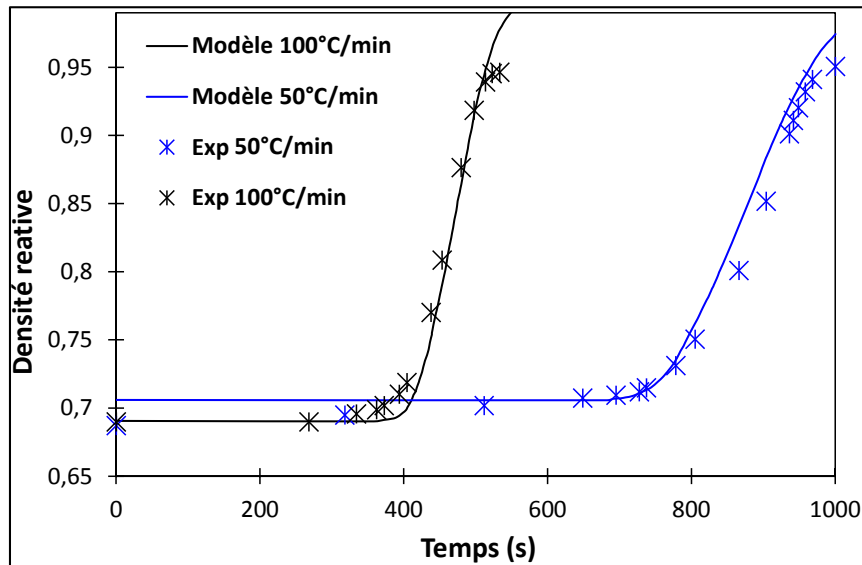


Figure 92 : Courbes de retrait expérimentales (points) et modélisées (traits pleins) pour des essais à 50°C/min (en bleu) et 100°C/min (en noir).

Un très bon accord entre le modèle et les courbes expérimentales est obtenu jusqu'à une densité relative de 95 à 97%. Au-delà, des écarts sont observés. Ils peuvent être liés à plusieurs raisons qui sont discutées dans la section suivante.

6.2. Discussion

Une première remarque peut être faite sur les différences microstructurales présentes entre les pions denses ayant servi à identifier les paramètres A_0 , Q , n et les pions poreux ayant servi à obtenir les fonctions c et f . Avant l'essai, les pions denses ont une microstructure lamellaire tandis que les pions poreux ont une microstructure traitée dans le domaine $\alpha+\beta$. Les paramètres du modèle sont donc obtenus avec deux types de microstructures qui ont des comportements en fluage différents^{23,48}.

Une deuxième remarque concerne l'essai de compaction de poudre. L'application de paliers de pression successifs se fait à la température de 820°C après un temps de stabilisation d'une minute pendant lequel la transformation microstructurale de la poudre

($\alpha' \rightarrow \alpha+\beta$) s'opère et la réponse mécanique est celle d'une microstructure traitée dans le domaine $\alpha+\beta$.

Les paramètres A_0 , Q et n sont donc déterminés sur une microstructure lamellaire tandis que les fonctions c et f n'incluent que la réponse mécanique d'une microstructure traitée dans le domaine $\alpha+\beta$.

Or, lors des essais de frittage SPS indépendants, la température de la poudre dépassent T_β . Cela sera démontré expérimentalement dans la section 2.2 du Chapitre 5 mais la microstructure est tout de même présentée ici (voir Figure 93). Elle est lamellaire typique d'un refroidissement depuis le domaine β .



Figure 93 : Microstructure lamellaire observée en microscopie optique pour les essais de frittage SPS de vérification indépendants.

Les écarts de densités relatives observés sur la Figure 92 entre le modèle et les essais expérimentaux peuvent s'expliquer par le dépassement de T_β qui modifie le comportement mécanique du matériau.

Afin de vérifier l'effet de la microstructure sur les paramètres de fluage et sur l'accord avec le modèle, une série d'essais est proposée. C'est l'objet de la section 7 suivante.

7. Effet de la microstructure sur les essais de fluage et le modèle

Les paramètres A_0 , Q et n ont été déterminés seulement sur une microstructure lamellaire. Afin de quantifier un éventuel écart des paramètres A et n lié à la microstructure traitée dans le domaine $\alpha+\beta$, deux pions denses sont élaborés par frittage SPS. Le premier pion, noté F1030, est densifié à une température de 1030°C dans le but d'obtenir une microstructure lamellaire. Le second pion, noté F800, est fritté à une température de 800°C dans le but d'obtenir une microstructure traitée dans le domaine $\alpha+\beta$.

7.1. Essais de fluage sur pions denses élaborés par SPS

7.1.1. Microstructure des pions

Les densités relatives des pions sont de 99,6% pour F1030 et de 99,3% pour F800. Les microstructures des pions obtenus sont présentées respectivement à la Figure 94 et à la Figure 95.

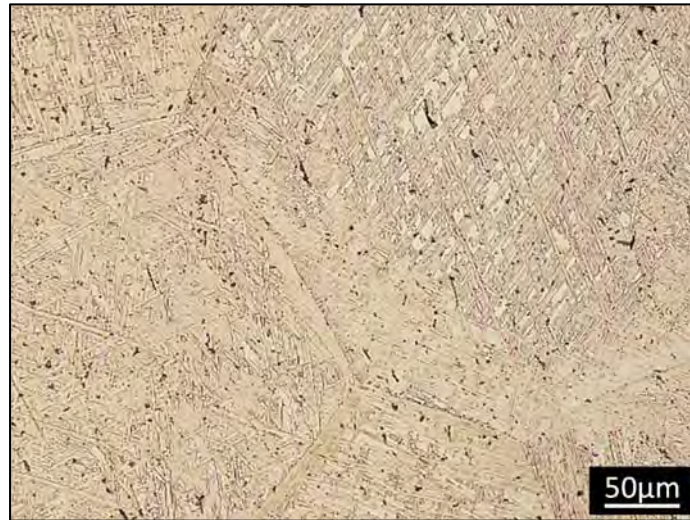


Figure 94 : Microstructure de F1030 observée en microscopie optique.

La microstructure de F1030 est homogène dans tout l'échantillon et présente les caractéristiques typiques d'une microstructure lamellaire de Widmanstätten. La largeur moyenne des lamelles de phase α est d'environ $1,2 \pm 0,1 \mu\text{m}$. Les ex-grains β ont une taille moyenne d'environ $368 \pm 30 \mu\text{m}$. Comparativement aux pions forgés, la microstructure est ici plus fine (voir Figure 85).

Les valeurs sont reprises dans le Tableau 32.

Tableau 32 : Taille des éléments microstructuraux du pion forgé et du pion F1030.

Echantillon	Pion forgé	Pion F1030
Largeur des lamelles de phase α (μm)	$2,4 \pm 0,1$	$1,2 \pm 0,1$
Ex-grains β (μm)	458 ± 30	368 ± 30

La différence de la taille de microstructure peut provoquer un écart sur le comportement en fluage. En effet, des microstructures plus fines sont connues pour diminuer la résistance en fluage^{23,48,145}. Cependant, le pion élaboré par SPS est refroidit librement après mise en forme donc la taille des éléments microstructuraux est plus proche d'une situation observable pour le frittage SPS de la poudre.



Figure 95 : Microstructure de F800 observée en microscopie optique.

La microstructure de F800 est homogène dans tout l'échantillon et composée de lamelles et de grains de phase α équiaxes. Cette microstructure sera plus amplement détaillée dans la section 0 du Chapitre 5. Une première population de lamelles a une largeur moyenne de $2,4 \pm 0,3 \mu\text{m}$ et une seconde population a une largeur moyenne de $1,2 \pm 0,2 \mu\text{m}$. Les grains α équiaxes ont une taille moyenne de $2,8 \pm 0,3 \mu\text{m}$.

7.1.2. Essais de fluage

Les essais sont conduits à 825°C . Cette température est choisie car les taux de déformation sont les plus stables (voir Figure 87) qui ont été observés pour les essais de fluage sur pions forgés. La morphologie des pions est présentée à la Figure 96. Ici aussi, il n'y a pas d'effet tonneau. La force appliquée et le taux de déformation des pions, obtenus à partir de la mesure du déplacement enregistré par la machine, sont reportés en fonction du temps sur la Figure 97.



Figure 96 : Morphologie des pions F1030 et F800 après essai de fluage. Un pion de 8mm de diamètre est également sur l'image pour ajuster l'échelle.

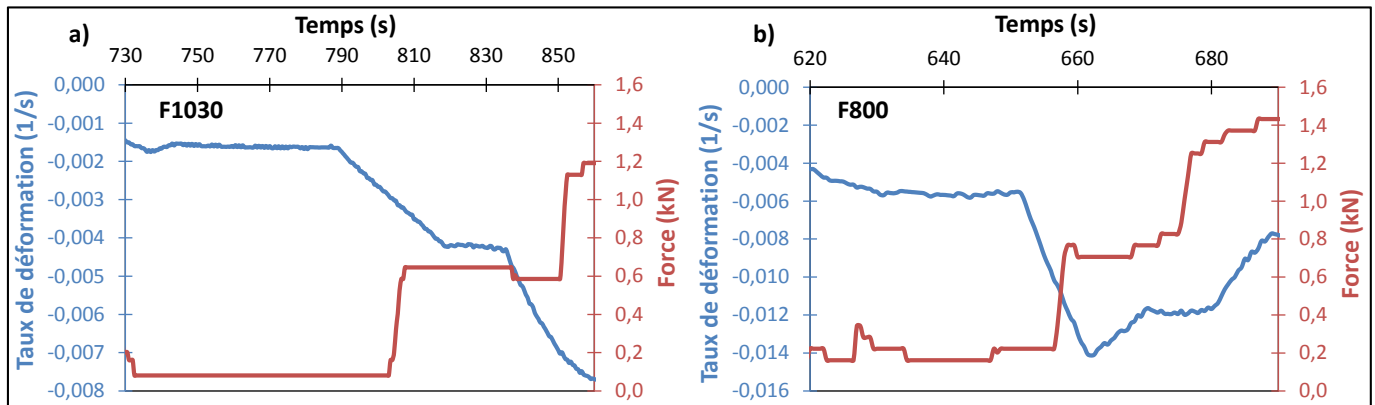


Figure 97 : Force appliquée et taux de déformation des pions F1030 (a) et F800 (b) frittés par SPS.

Les taux de déformations des pions élaborés par SPS sont beaucoup plus importants que ceux observés pour le pion forgé. Sur chaque palier de force, une zone stable de taux de déformation existe, ce qui rend possible la suite des calculs. A partir de ces résultats, le logarithme du taux de déformation est donc tracé en fonction du logarithme de la contrainte (voir Figure 98).

Par régression linéaire, les paramètres A et n des pions élaborés par SPS sont déterminés.

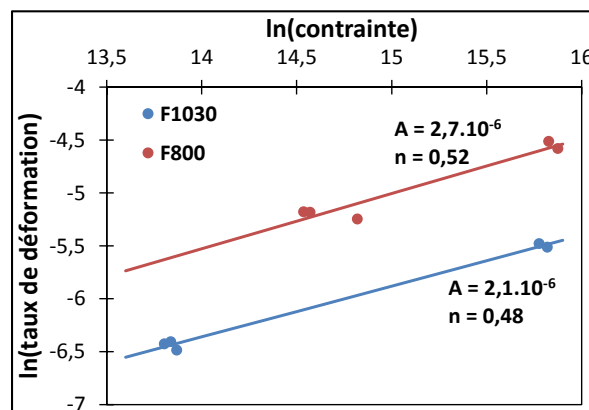


Figure 98 : Régression linéaire des points expérimentaux pour les deux microstructures.

A partir de l'Équation 39, le paramètre A de l'essai de fluage sur pion forgé de microstructure lamellaire est calculé. Tous les paramètres sont regroupés dans le Tableau 33.

Tableau 33 : Paramètres A et n des essais de fluage des pions frittés par SPS et du pion forgé.

Essai	F1030	F800	Pion forgé
A	$2,1.10^{-6}$	$2,7.10^{-6}$	5.10^{-19}
n	0,48	0,52	2

Les valeurs obtenues sur les pions frittés sont très différentes des valeurs obtenues sur pion forgé. A titre de comparaison, la contrainte à appliquer pour une vitesse de déformation imposée de 10^{-2}s^{-1} est calculée à partir de l'Équation 18 et les résultats sont regroupés dans le Tableau 34.

Tableau 34 : Contrainte à imposer pour une vitesse de déformation de 10^{-2}s^{-1} .

Essai	F1030	F800	Pion forgé
Contrainte(MPa)	46	7	141

Entre les pions F1030 et F800 (microstructures respectivement traitées dans le domaine β et $\alpha+\beta$), un facteur 7 existe sur la contrainte à appliquer. Cela s'explique par le fait que les microstructures lamellaires présentent de meilleures résistances au fluage que les microstructures bimodales ou équiaxes^{23,48}. Entre le pion F1030 et le pion forgé, un facteur 3 existe sur la contrainte à appliquer. Ici, les microstructures étant du même type, c'est la finesse de la microstructure du pion F1030 qui explique cet écart. En effet, une microstructure lamellaire plus fine a tendance à diminuer la résistance au fluage^{23,48,145}. Une influence de la microstructure sur le comportement en fluage des échantillons est donc observée.

Le paramètre n calculé pour F1030 et F800 est proche de 0,5 tandis qu'il est de 2 dans le cas du pion forgé. Suivant les mécanismes de fluage prévus par la théorie (voir Tableau 35), n peut prendre des valeurs de 1, 2 ou 3. La valeur la plus proche de celle obtenue pour F1030 et F800 est 1.

Tableau 35 : Valeurs des exposants n pour différents mécanismes de fluage de matériaux denses sous contrainte¹⁴⁴.

Mécanisme	n
Diffusion en volume	1
Diffusion aux joints de grains	1
Glissement aux joints de grains	1 ou 2
Déformation plastique	>3

Un paramètre n tendant vers 1 indique que les mécanismes de fluage par diffusion prennent l'ascendant sur les mouvements de dislocations. Il est possible de s'interroger sur l'effet du procédé de mise en forme du pion dense. Le pion dense forgé peut présenter un taux de dislocations différent des pions élaborés par SPS. Des observations par microscopie électronique en transmission permettraient de quantifier les taux de dislocations dans les différents pions. Cela n'a pas été fait pour des questions de temps restant durant la thèse.

7.2. Essais de densification sur poudre recuite

Comme précisé dans la section 6.2, les échantillons (pion dense forgé, pions poreux et poudre) servant à l'identification des paramètres du modèle de densification présentent, au moment des essais, des microstructures différentes entre elles mais également différentes de la poudre initiale. L'hypothèse est que les réponses mécaniques enregistrées

pour l'identification des paramètres du modèle peuvent manquer de cohérence et de représentativité de la réponse mécanique réelle de la poudre lors du frittage.

Afin de vérifier la validité de cette hypothèse, deux voies peuvent être explorées.

Une première voie consiste à redéfinir les paramètres du modèle avec les deux types de microstructures présentes lors du frittage de la poudre (microstructure traitée dans le domaine β et traitée dans le domaine $\alpha+\beta$).

Une seconde voie consiste à effectuer des essais de frittage SPS sur une poudre de microstructure modifiée, afin de la rendre plus cohérente avec les microstructures des échantillons ayant servi à la définition du modèle. Ces nouveaux essais de frittage SPS seront effectués dans les conditions des essais présentés à la Figure 92. Ils permettront de voir si de nouvelles données expérimentales se superposent mieux au modèle de densification déjà établi que les essais de frittage SPS de vérification indépendant réalisés dans la section 6.1 avec une poudre martensitique (microstructure originelle de la poudre).

Cette seconde voie est choisie car elle permet une vérification moins coûteuse en temps.

Afin de réaliser les nouveaux essais de vérification, deux poudres ont été traitées thermiquement, à 900°C et 1030°C respectivement pendant 300 et 30s, afin d'obtenir les états microstructuraux des échantillons utilisés pour établir le modèle. C'est l'objet de la section suivante.

7.2.1. Microstructures obtenues après traitement thermique

Les traitements thermiques sont réalisés dans l'enceinte du SPS sous vide. Pour cela, la poudre est placée dans une matrice elle-même placée entre les entretoises. Ainsi, aucune pression n'est appliquée.

Le premier traitement est réalisé à 900°C pendant 5min (poudre correspondante notée T900) et le second à 1030°C pendant 30s (poudre correspondante notée T1030). Les vitesses de chauffage sont de 100K/min et le refroidissement est libre (en quelques minutes, une température de 500°C est atteinte). Ces températures et temps de traitement thermiques sont choisis car ils permettent de pleinement transformer la microstructure martensitique initiale (30s au minimum sont nécessaire pour transformer la martensite vers la microstructure $\alpha+\beta$ ⁴² ; T_β a été déterminée à 991°C pour la poudre dans la section 1.2 du Chapitre 2). Suite aux traitements thermiques (à 900°C et 1030°C), les poudres sont enrobées dans une résine l'observation des microstructures est rendue possible grâce à la préparation métallographique décrite dans la section 3.4 du Chapitre

2. La microstructure des poudres est observée par microscopie optique (voir Figure 99 et Figure 100).

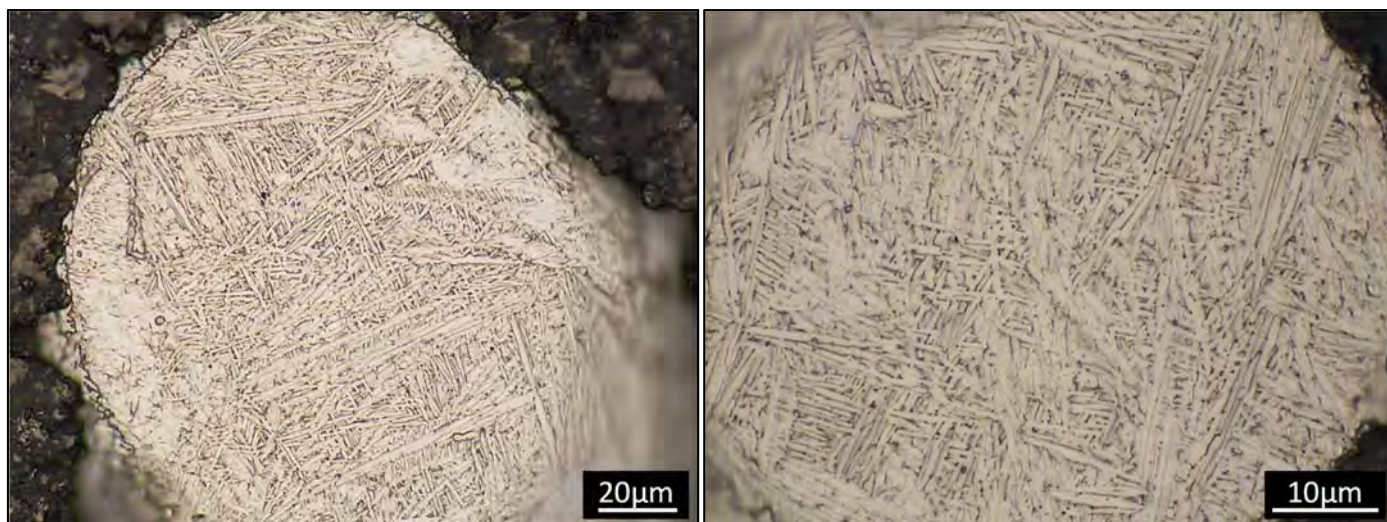


Figure 99 : Microstructure de la poudre traitée à 900°C observée en microscopie optique.

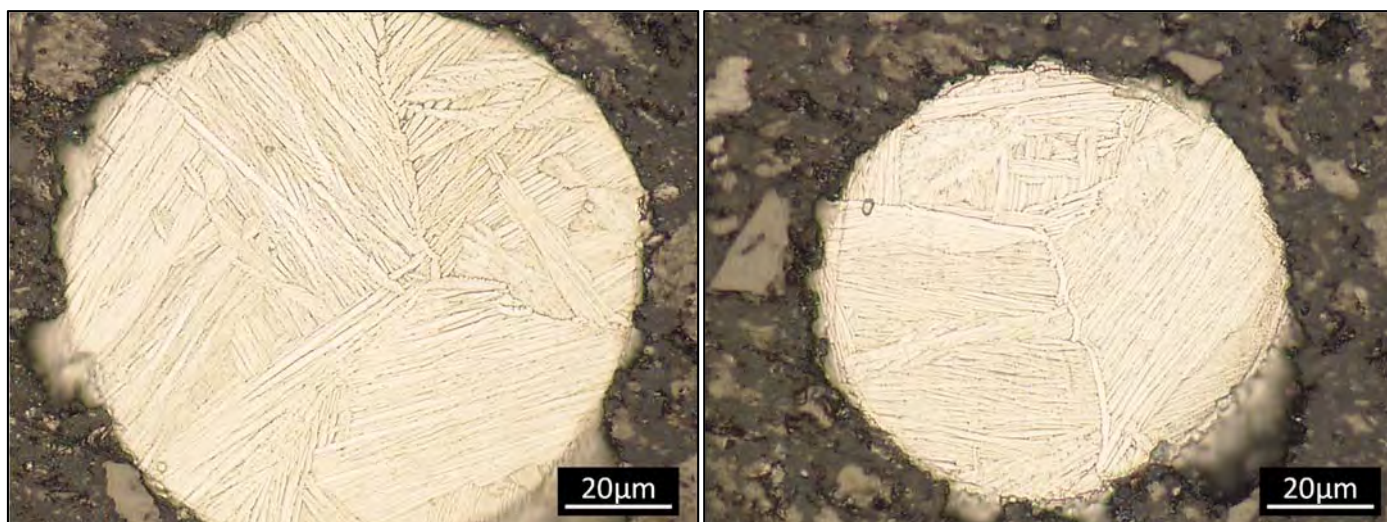


Figure 100 : Microstructure de la poudre traitée à 1030°C observée en microscopie optique.

Les transformations microstructurales souhaitées ont été obtenues grâce aux traitements thermiques. La microstructure de T900 correspond à un revenu à partir de la microstructure martensitique de la poudre initiale. Elle est composée de lamelles de phase α enchevêtrées. La microstructure de T1030 correspond à une microstructure lamellaire avec des colonies de lamelles de phase α parallèles entre elles et des liserés α_{GB} nettement visibles.

7.2.2. Essais de densification

A partir des poudres T900 et T1030, des essais de frittage SPS sont réalisés suivant le protocole décrit en section 6.1. (rappel : pastilleuse, pression constante de 25MPa, simple rampe de montée à 50°C/min ou 100°C/min jusqu'à 900°C, 1g de poudre). Les courbes de retrait des nouveaux essais de vérifications ainsi que les courbes de retraits modélisés sont présentées à la Figure 101.

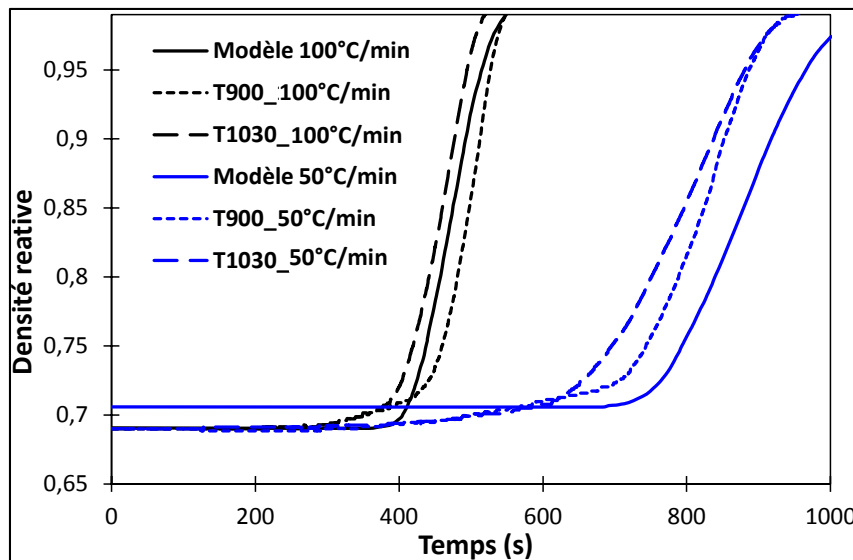


Figure 101 : Courbes de retrait modélisées pour des essais à 50°C/min (en bleu) et 100°C/min (en noir) et courbes de retrait expérimentales des poudres traitées thermiquement à 900°C (courbes en petits pointillés) et à 1030°C (courbes en gros pointillés).

Contrairement au frittage de la poudre initiale, les courbes de retrait des poudres traitées thermiquement atteignent les densités prévues par le modèle. De plus, les vitesses de frittage de la poudre T1030 (gros pointillés) sont identiques à celles issues du modèle bien que le frittage débute plus tôt que le modèle (390s contre 400s à 100K/min et 610s contre 750s à 50K/min). La poudre T900 présente quant à elle une vitesse de frittage plus rapide que celle du modèle, ce qui est en accord avec les données de la littérature¹⁴⁶. En effet, la microstructure $\alpha+\beta$ de T900 a une résistance au fluage plus faible⁴⁸ d'où une vitesse de retrait plus rapide. Pour résumer, l'allure des courbes de retraits expérimentales est similaire à l'allure des courbes de retraits modélisées mais un décalage du début de frittage est observé.

7.3. Discussion

L'hypothèse selon laquelle le modèle est établi avec des échantillons de microstructures, donc de comportement mécanique, éloignés des microstructures, donc du comportement mécanique, observées lors du frittage de poudre semble se vérifier. En effet, dans cette partie, il a été démontré que les microstructures influencent fortement le frittage et donc les paramètres A_0 , Q et n , nécessaires pour déterminer les fonctions c et f . Cependant, les simulations sont très réalistes jusqu'à des densités relatives d'environ 95 à 97%. Ainsi, l'erreur potentiellement présente dans les paramètres A_0 , Q et n semble compensée lors de la détermination des fonctions c et f .

Il conviendrait donc de déterminer les lois complètes de fluage pour les différentes microstructures observées pour le TA6V en fonction de la température. Ainsi, l'évolution de son comportement mécanique pourra être prise en compte dans le modèle ETMM.

8. Conclusions

Le frittage d'une poudre de TA6V a été modélisé grâce au modèle de Norton-Green par l'intermédiaire d'essais de fluage sur des pions de TA6V dense et à porosité contrôlée et d'essai de compaction de poudre. Les paramètres obtenus du modèle permettent de simuler de façon très réaliste la densification de la poudre de TA6V. Cependant, certains écarts avec des résultats expérimentaux sont observés au-delà de 95 à 97% de densification. Ces écarts peuvent s'expliquer par le fait que les échantillons ayant servi à identifier les paramètres du modèle ont des types de microstructure différents au moment des essais de fluage et de compaction. Les pions denses ont une microstructure lamellaire tandis que les pions poreux et la poudre ont une microstructure traitée dans le domaine $\alpha+\beta$. L'effet de la microstructure a donc été évalué sur les propriétés en fluage et sur la densification.

En élaborant des pions denses avec les deux types de microstructures, un paramètre A différent est obtenu entre ces deux pions. A une vitesse de déformation équivalente, un facteur 7 existe sur la contrainte à appliquer (7MPa pour le pion avec la microstructure traitée dans le domaine $\alpha+\beta$ et 45MPa pour le pion avec la microstructure traitée dans le domaine β). Entre le pion élaboré par SPS et le pion forgé de microstructures lamellaires, un facteur 3 existe sur la contrainte à appliquer à vitesse de déformation équivalente (45MPa pour le pion élaboré par SPS et 141MPa pour le pion forgé). La structure lamellaire plus fine du pion élaboré par SPS explique ces écarts. Ainsi, si les paramètres A_0 , Q et n déterminés par les essais de fluage sur pion forgés, nécessaires pour

déterminer les fonctions c et f , sont entachés d'une erreur, celle-ci semble compensée lors de la détermination des fonctions c et f puisque les simulations sont très réalistes.

La microstructure de la poudre a été modifiée par traitement thermique, avant frittage SPS, pour la rendre identique aux types de microstructures des échantillons ayant servi à la détermination des paramètres du modèle. Ainsi, il s'avère que la densification totale est obtenue, comme prévu par les simulations, et que les allures des courbes de densifications expérimentales sont fidèles aux courbes de densification simulées. Cependant, des décalages du début de frittage sont observés.

Il semble donc que les écarts des courbes de densification simulées et des courbes de densification expérimentales soient dû au fait que l'évolution de la microstructure de la poudre et donc de son comportement mécanique ne soit pas suffisamment pris en compte dans le modèle de densification établi. Afin d'intégrer cette évolution dans le modèle ETMM, il conviendrait donc de déterminer les paramètres A_0 , Q et n ainsi que les fonctions c et f avec des échantillons aux microstructures de type traitées dans le domaine $\alpha+\beta$ et traitées dans le domaine β .

Chapitre 5. Relation frittage SPS – Microstructure – Propriétés mécaniques en traction

Contenu

1. Introduction.....	169
2. Mise en œuvre des échantillons denses modèles	169
2.1. Paramètres de frittage	170
2.2. Cycles de frittage des différentes conditions et microstructures associées	172
2.3. Composition chimique après frittage.....	202
2.4. Diffraction des rayons X	203
2.5. Analyse de texture cristallographique	203
2.6. Conclusions intermédiaires.....	205
3. Transfert d'échelle, propriétés mécaniques et répétabilité.....	206
3.1. Pièces de forme simple : pavés arrondis.....	206
3.2. Pièces de forme plus complexe et près des cotes (PDC).....	224
3.3. Comparaison des éprouvettes usinées et près des cotes	242
3.4. Comparaison des propriétés de traction des pièces obtenues par SPS aux pièces obtenues par d'autres techniques de mise en forme.....	244
4. Conclusions.....	249

1. Introduction

La connaissance des microstructures obtenues par frittage SPS est importante car elles conditionnent les propriétés mécaniques des pièces produites. Pour rendre le procédé industrialisable à plus grande échelle et sur des domaines diversifiés, il convient de déterminer sa répétabilité tant en termes de microstructures que des propriétés mécaniques qui en découlent.

Le frittage d'une série d'échantillons dits "modèles" est réalisé dans le but d'obtenir un panel des microstructures possibles et de déterminer les paramètres critiques de frittage (température, moment d'application de la pression et nature de la pastilleuse utilisée). Les objectifs sont d'obtenir des densités relatives supérieures à 99% (mesurée par la méthode d'Archimède ; voir section 3.2 du Chapitre 2) et des microstructures homogènes. La stabilité chimique des échantillons obtenus sera analysée afin de s'assurer que l'alliage obtenu ne présente pas un enrichissement trop important en éléments interstitiels (oxygène, et carbone). Une analyse de texturation des échantillons obtenus donnera également des informations sur le caractère isotrope des propriétés des massifs.

Par la suite, un transfert d'échelle est opéré sur une forme relativement simple dans un premier temps puis plus complexe dans un second temps. Ce transfert d'échelle s'inscrit dans une logique d'évaluation de l'industrialisation du procédé. Des essais de traction à température ambiante sont réalisés et les données sont comparées à la littérature. L'objectif est de situer les propriétés mécaniques en traction du TA6V obtenu par frittage SPS par rapport aux données de la littérature.

2. Mise en œuvre des échantillons denses modèles

L'objectif de cette première partie est d'évaluer les effets des paramètres SPS (température de palier, moment d'application de la pression, matériau de la pastilleuse) sur la densification et les microstructures de l'alliage TA6V. Pour cela, le TA6V a été densifié dans des géométries simples (cylindrique) et de faible épaisseur (1mm) ce qui correspond à environ 1g de poudre par pièce.

2.1. Paramètres de frittage

Les outillages utilisés sont les pastilleuses en graphite et en WC-Co décrites dans la section 2.2.1 du Chapitre 2. Le protocole de préparation des essais SPS correspond à celui décrit dans la section 2.3 du Chapitre 2.

Les plages de température étudiées s'étendent de 750 à 900°C pour les pastilleuses en graphite et de 700 à 750°C pour les pastilleuses en WC-Co. Pour rappel, ces températures correspondent aux températures macroscopiques, c'est-à-dire à celles du thermocouple de contrôle placé dans le trou à la surface de la matrice (à 3mm de profondeur). Cette température est appelée macroscopique car elle est différente de celle du corps granulaire. La température du corps granulaire est connue pour être plus élevée¹⁰¹.

Une pré-compaction à 25MPa est appliquée pour tous les essais afin de faciliter d'assurer la répétabilité des essais.

L'influence du moment d'application de la pression (100MPa) est étudiée en parallèle de l'étude de la température. La pression est appliquée soit à froid, c'est-à-dire avant la montée en température, soit à chaud, c'est-à-dire après la montée en température, dans la première minute du palier.

Le temps de palier en température est fixé à 3min. Cette durée est choisie car elle permet de pleinement transformer la microstructure martensite de la poudre initiale¹⁴⁷ et de minimiser les temps des essais.

Tous les essais sont doublés afin de contrôler la répétabilité.

Les plans d'essais pour chacune des pastilleuses sont repris dans le Tableau 36 et le Tableau 37.

Pour chaque échantillon la nomenclature choisie est la suivante :

Application de la pression à froid "Fr" ou à chaud "Ch", nature de pastilleuse graphite "C" ou carbure de tungstène dopé cobalt "W", température macroscopique, numéro de l'essai 1 ou 2.

Tableau 36 : Plan d'essais pour la pastilleuse en graphite.

Température	Pastilleuse graphite			
	750°C	800°C	850°C	900°C
Pression à froid (P_{fr})	FrC750_1	FrC800_1	FrC850_1	FrC900_1
	FrC750_2	FrC800_2	FrC850_2	FrC900_2
Pression à chaud (P_{ch})	ChC750_1	ChC800_1	ChC850_1	ChC900_1
	ChC750_2	ChC800_2	ChC850_2	ChC900_2

Tableau 37 : Plan d'essais pour la pastilleuse en WC-Co.

Température	Pastilleuse WC-Co	
	700°C	750°C
Pression à froid (P_{fr})	FrW700_1	FrW750_1
	FrW700_2	FrW750_2
Pression à chaud (P_{ch})	ChW700_1	ChW750_1
	ChW700_2	ChW750_2

Les pastilleuses en WC-Co sont limitées à une température maximale d'utilisation de 800°C. La tenue mécanique n'est en effet plus assurée au-delà du fait de la faible tenue mécanique du cobalt. Les sections des pistons étant relativement faibles, une marge de sécurité de 50°C est appliquée. C'est pourquoi la température maximale de frittage avec les outillages WC-Co est de 750°C. Le choix de températures plus faibles pour la pastilleuse en WC-Co s'explique par les différences de conductivités électriques avec les pastilleuses en graphite. Le WC-Co est en effet plus conducteur que le graphite. Ainsi, pour atteindre une même température, la machine SPS doit générer un courant de plus forte intensité lorsque des pastilleuses en WC-Co sont utilisées. Un plus grand échauffement au niveau du corps granulaire et une densification à des températures macroscopiques plus faibles sont donc attendues avec l'utilisation de pastilleuses en WC-Co.

2.2. Cycles de frittage des différentes conditions et microstructures associées

Les cycles de frittage, les microstructures des échantillons ainsi que les diffractogrammes de rayons X sont présentés dans cette section. Les échantillons densifiés dans les pastilleuses en graphite seront traités en premier. Les échantillons densifiés dans les pastilleuses en WC-Co seront traités par la suite.

Avant d'analyser les microstructures générées par les différents paramètres de frittage, une mesure de température au cœur du corps granulaire est réalisée. En effet, la température atteinte par le corps granulaire lors du frittage SPS est connue pour être plus importante que la température de consigne¹⁰¹. Afin de quantifier cette différence, des mesures de températures dans le corps granulaire sont réalisées pour les conditions suivantes : pastilleuse graphite, température de consigne de 750°C avec une vitesse de chauffage de 100°C/min, P_{fr} . La matrice des pastilleuses est percée afin de pouvoir introduire un thermocouple jusqu'au cœur du corps granulaire. Les résultats sont présentés à la Figure 102.

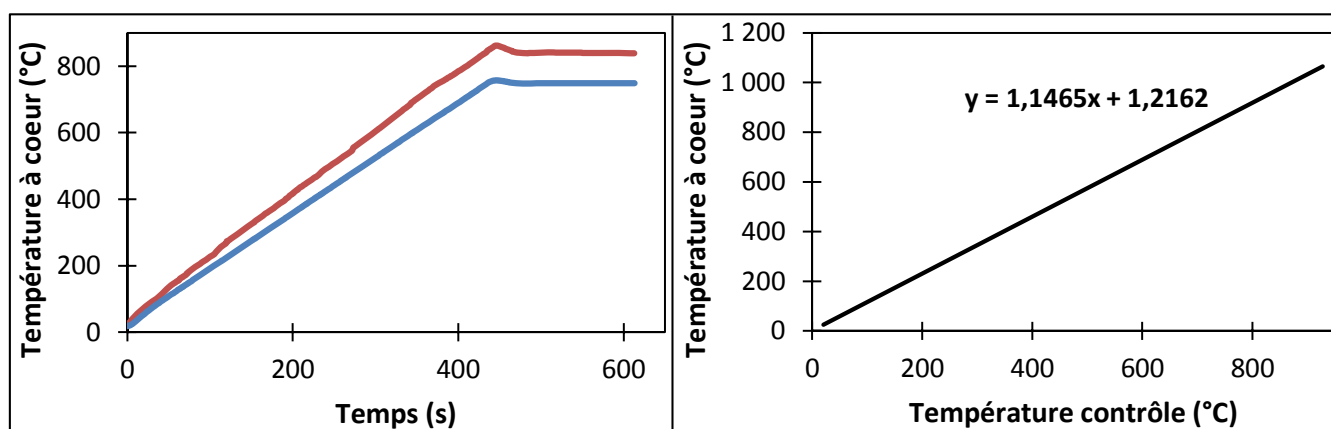


Figure 102 : A gauche, températures de la pastilleuse (en bleu) et du corps granulaire (en rouge) ; A droite, température du corps granulaire en fonction de la température de la matrice.

Comme prévu, la température du corps granulaire est plus élevée que la température de la matrice. Afin d'estimer le facteur existant entre les deux températures, une portion des courbes de température en fonction du temps est retenue (entre 150s et 400s), puis la température du corps granulaire est tracée en fonction de la température de la matrice. Le facteur est linéaire et vaut environ 1,15. La connaissance de ce facteur permet ainsi de connaître les températures réellement atteintes par le corps granulaire lors du frittage et donc de connaître les microstructures qui devraient être observées (en admettant que ce facteur reste linéaire au-delà de 750°C). Le Tableau 38 regroupe les températures de consignes appliquées, la température équivalente du corps granulaire pour la pastilleuse en graphite et le type de microstructure qui devrait être observée. Ce tableau est valide pour P_{fr} .

Tableau 38 : Température de consigne, température du corps granulaire pour un facteur correctif de 1,15 environ par rapport à la température de consigne et type de microstructure supposé. Valable pour P_{fr} avec la pastilleuse en graphite.

Température de consigne (°C)	Température du corps granulaire (°C)	Type de microstructure
750	861	$\alpha+\beta$
800	918	$\alpha+\beta$
850	975	$\alpha+\beta$
900	1033	β

Les observations des microstructures des pastilles frittées sont réalisées sur les demi-lunes obtenues par microtronçonnage et sont donc des vues en coupe (voir schéma de la Figure 103).

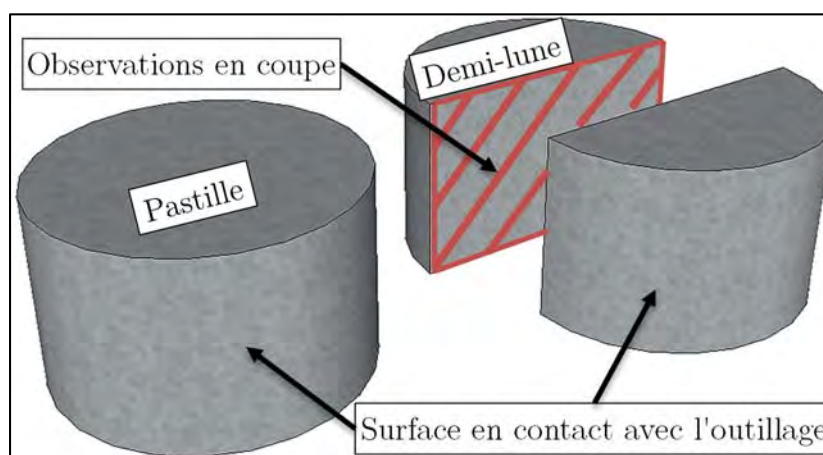


Figure 103 : A gauche : pastille obtenue après frittage SPS ; à droite : demi-lunes obtenues par microtronçonnage à partir de la pastille frittée.

2.2.1. Pastilleuse en graphite

2.2.1.1. Frittage SPS à 750°C

Les cycles de frittage avec P_{fr} dans la pastilleuse en graphite avec un palier à 750°C enregistrés par la machine sont reportés sur les graphes de la Figure 104.

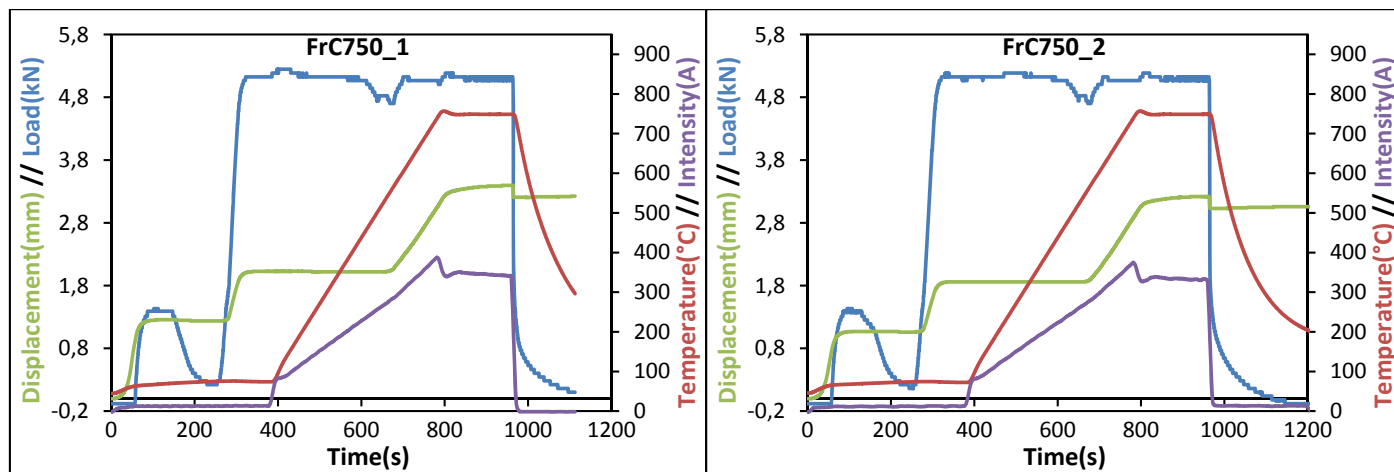


Figure 104 : Cycles de frittage SPS avec les pastilleuses en graphite, avec P_{fr} et palier à 750°C.

Les cycles de FrC750_1 et FrC750_2 sont identiques. Les densités mesurées sont de $97,9 \pm 0,5\%$. La puissance électrique dissipée maximale est respectivement de $996 \pm 40W$ et de $970 \pm 38W$. Le début du déplacement est observé respectivement à 544°C et 554°C (température macroscopique). La répétabilité des essais semble donc excellente.

Les cycles de frittage avec P_{ch} dans la pastilleuse en graphite avec un palier à 750°C enregistrés par la machine sont reportés sur les graphes de la Figure 105.

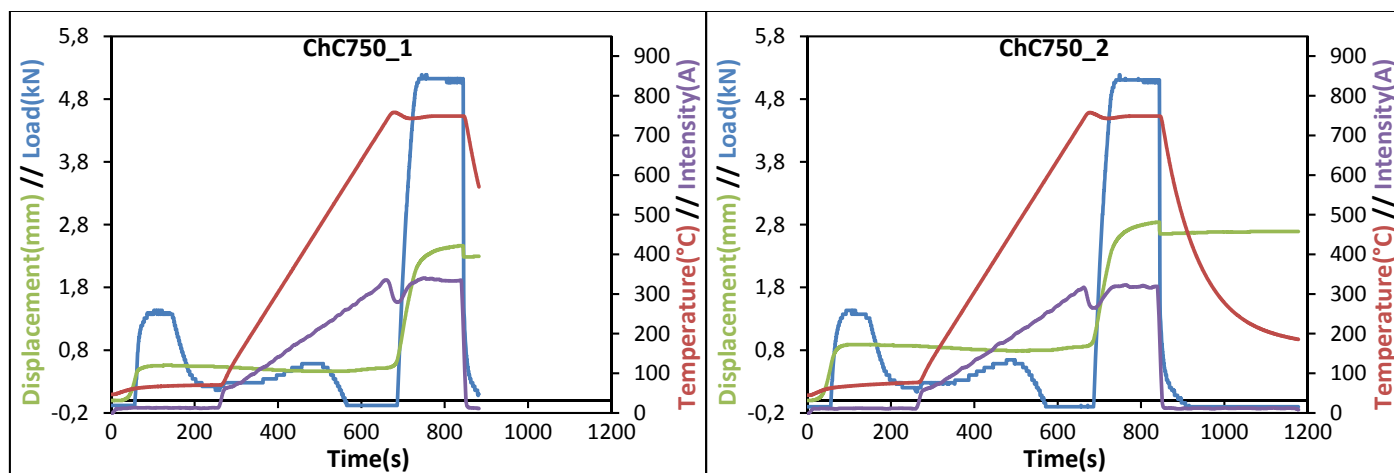


Figure 105 : Cycles de frittage SPS avec les pastilleuses en graphite, avec P_{ch} et palier à 750°C.

Les cycles de ChC750_1 et ChC750_2 sont également identiques. Les densités mesurées sont respectivement de $97,1 \pm 0,5\%$ et de $96,7 \pm 0,5\%$. Les puissances électriques dissipées maximales sont respectivement de $1105 \pm 34W$ et de $1057 \pm 33W$. Le début du déplacement est observé respectivement à 602°C et 628°C (température macroscopique). Une moins bonne répétabilité qu'avec P_{fr} est observée mais reste largement satisfaisante.

Avec P_{ch} , les puissances électriques dissipées maximales sont plus importantes qu'avec P_{fr} . En effet, les imperfections de contact existants pour P_{ch} créent des résistances électriques de contact importantes qui augmentent le potentiel électrique^{148,149} et donc la puissance électrique dissipée maximale. Les effets des résistances de contact deviennent négligeables à partir de 50MPa^{127,135}, c'est pourquoi la puissance électrique dissipée maximale avec P_{fr} est plus faible qu'avec P_{ch} . Les températures sont également connues pour être plus importantes avec de plus grandes résistances de contacts^{148,149}. Un effet sur les microstructures devrait donc se dégager.

Les densités relatives mesurées sont également insuffisantes. Cependant, un temps de palier plus long pourrait les augmenter puisque les courbes de déplacement présentent encore une certaine pente à la fin de l'essai de frittage.

Les observations en microscopie optique des microstructures des coupes des échantillons densifiés à 750°C dans les pastilleuses en graphite sont présentées à la Figure 106.

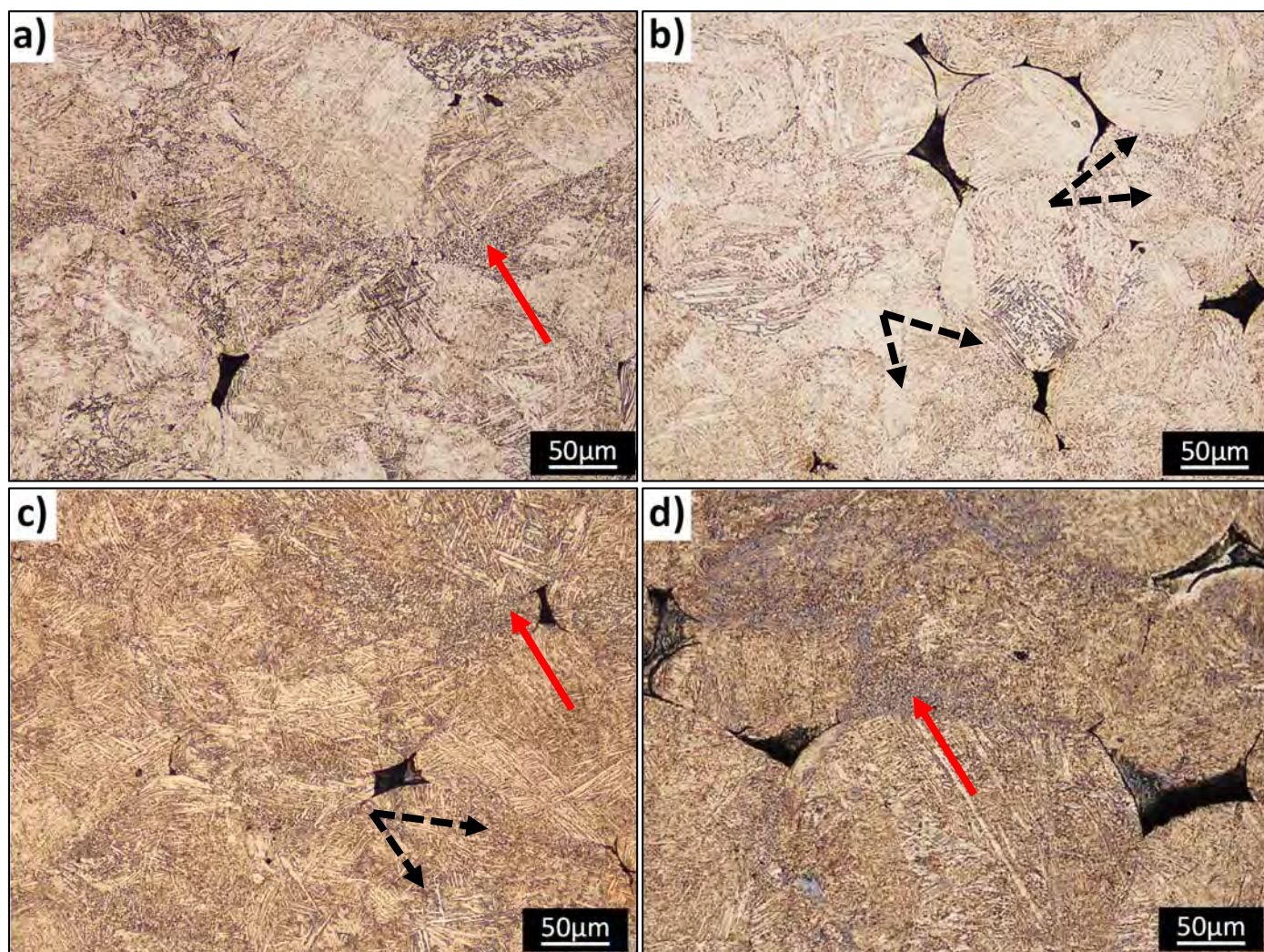


Figure 106 : Microstructures observées en microscopie optique des échantillons frittés à 750°C avec les pastilleuses graphite. a) FrC750_1 ; b) FrC750_2 ; c) ChC750_1 ; ChC750_2.

La porosité est encore trop importante. Cependant, des informations sur la genèse des microstructures du TA6V fritté peuvent être obtenues. Pour tous les échantillons, certains granules présentent une microstructure constituée de lamelles de phase α plus ou moins rectilignes et d'autres présentent une microstructure complètement équiaxe (voir flèches en rouge). Ces derniers granules subissent des efforts thermomécaniques entraînant une déformation plastique tandis que les granules ayant des microstructures constituées de lamelles de phase α subissent des traitements thermomécaniques qui transforment la martensite¹⁵⁰ mais n'entraînent pas de déformation plastique. Un troisième type de granules subit des déformations plastiques partielles : le cœur de ces granules subit des contraintes n'entraînant pas de déformation plastique tandis qu'une partie de leur surface subit des déformations plastiques (voir flèches en noir pointillé).

Aucune incidence majeure ne peut être observée sur les microstructures selon que le frittage s'effectue avec P_{fr} ou P_{ch} .

2.2.1.2. Frittage SPS à 800°C

Les cycles de frittage P_{fr} avec un palier à 800°C dans la pastilleuse en graphite enregistrés par la machine sont reportés sur les graphes de la Figure 107.

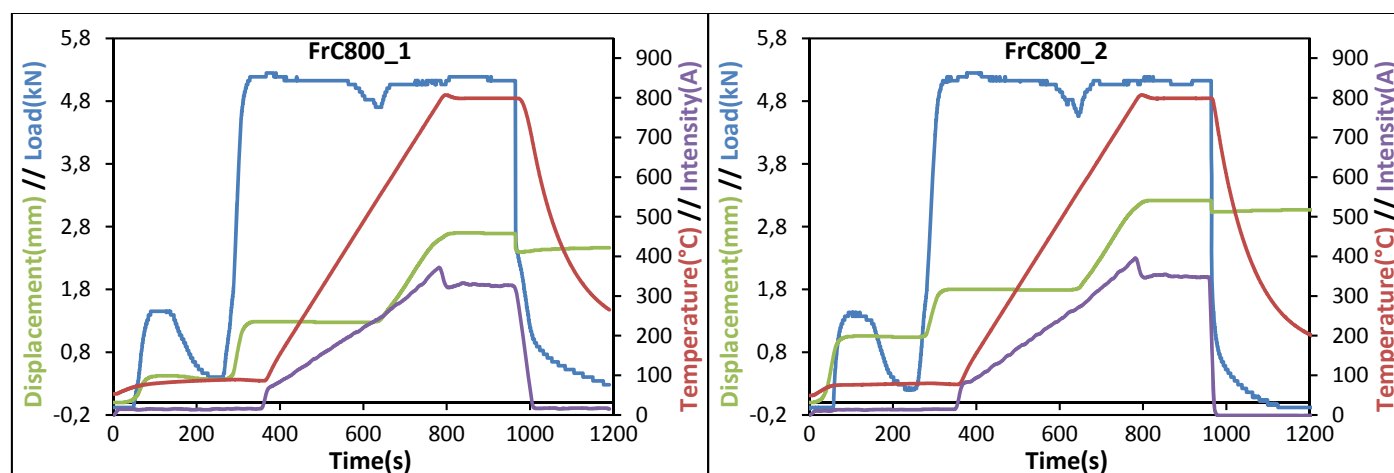


Figure 107 : Cycles de frittage SPS avec les pastilleuses en graphite, avec P_{fr} et palier à 800°C.

Les cycles de FrC800_1 et FrC800_2 sont identiques. Les densités mesurées sont respectivement de $98,8 \pm 0,5\%$ et de $98,9 \pm 0,5\%$. La puissance électrique dissipée maximale est respectivement de $1088 \pm 38W$ et de $1082 \pm 40W$. Le début du déplacement est observé respectivement à 537°C et 549°C (température macroscopique). Une excellente répétabilité est donc observée.

Les cycles de frittage P_{ch} avec un palier à 800°C dans la pastilleuse en graphite enregistrés par la machine sont reportés sur les graphes de la Figure 108.

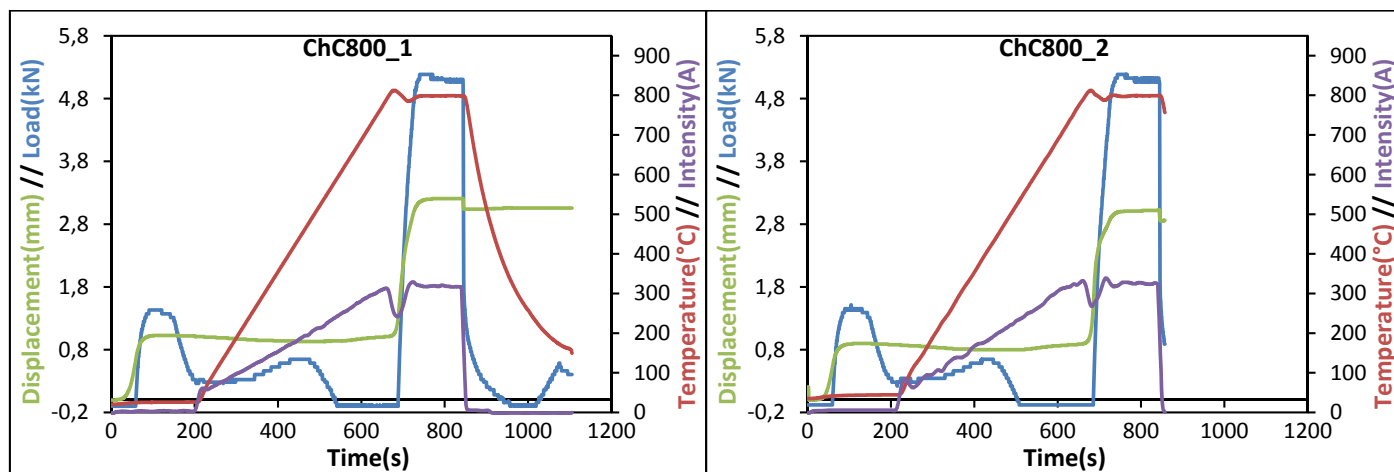


Figure 108 : Cycles de frittage SPS avec les pastilleuses en graphite, avec P_{ch} et palier à 800°C.

Les cycles de ChC800_1 et ChC800_2 présentent des différences sur la courbe d'intensité du courant : des fluctuations sont présentes dans les premiers instants du frittage. Les densités mesurées sont respectivement de $98,8 \pm 0,5\%$ et de $98,9 \pm 0,5\%$. La puissance électrique dissipée maximale est respectivement de $1112 \pm 32\text{W}$ et de $1284 \pm 34\text{W}$. Le début du déplacement est observé respectivement à 591°C et 594°C (température macroscopique). La répétabilité semble satisfaisante mais un écart important est à noter concernant la puissance électrique dissipée maximale.

Les puissances électriques dissipées calculées pour une température de consigne de 800°C sont plus importantes que les puissances électriques dissipées pour une température de consigne de 750°C. Pour cette température de consigne également, les puissances électriques dissipées sont plus importantes avec P_{ch} qu'avec P_{fr} . Les puissances électriques dissipées maximales sont moins proches entre les deux essais P_{ch} qu'entre les deux essais P_{fr} . Cela témoigne de l'effet important des résistances de contact sur le frittage. En effet, les imperfections de contact dans les essais P_{ch} ne peuvent que difficilement être similaires.

Les observations en microscopie optique des microstructures des coupes des échantillons densifiés à 800°C dans les pastilleuses en graphite sont présentées à la Figure 109. Les microstructures présentées de FrC800_1, FrC800_2 et ChC800_1 sont représentatives de l'ensemble de l'échantillon. La microstructure de ChC800_2 n'est pas homogène et est présentée plus en détail à la Figure 110.

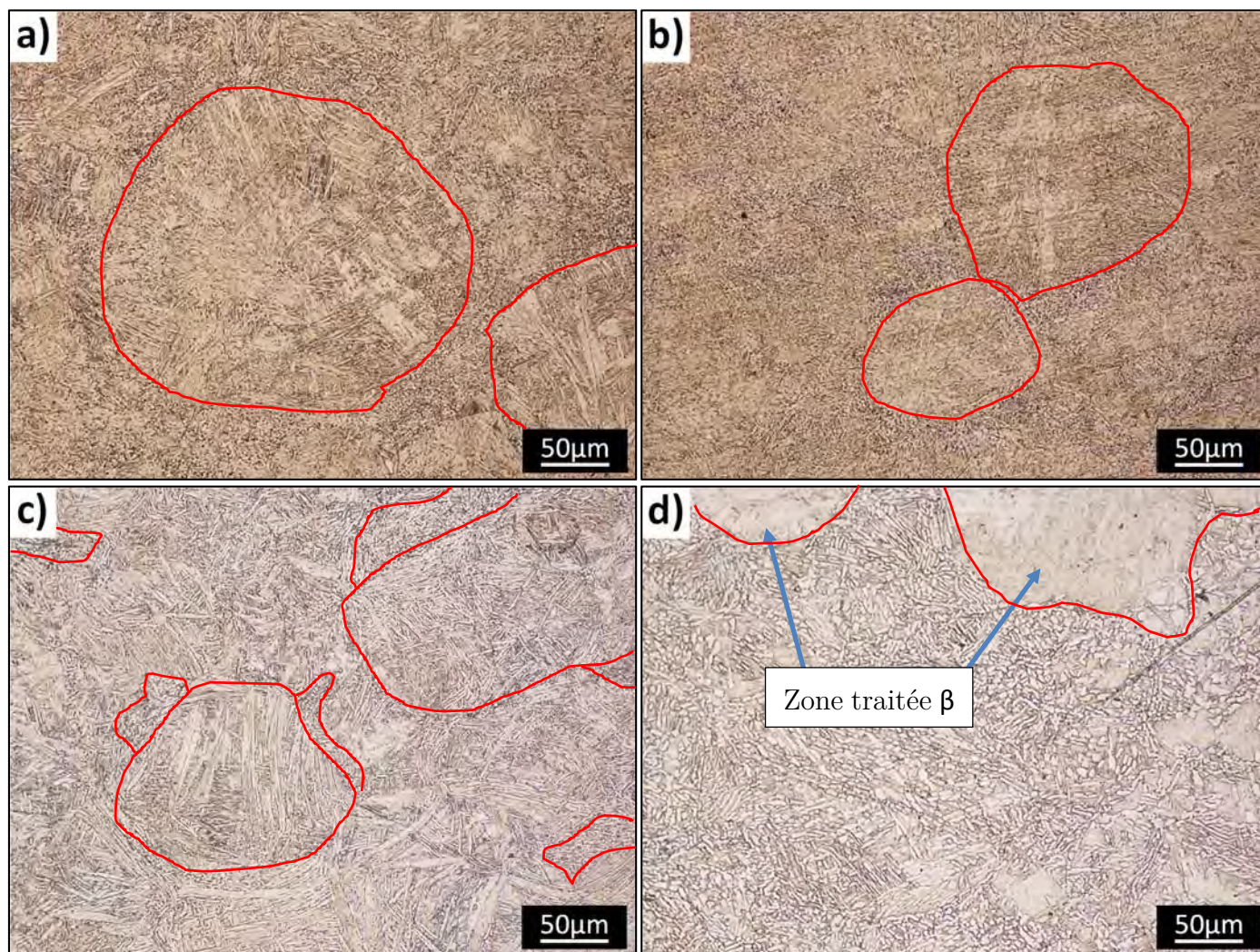


Figure 109 : Microstructures observées en microscopie optique des échantillons frittés à 800°C avec les pastilleuses graphite. a) FrC800_1 ; b) FrC800_2 ; c) ChC800_1 ; ChC800_2.

Les observations sur la Figure 109a,b et c permettent de se rendre compte de l'état final de la microstructure dont la genèse est présentée sur la Figure 104 comme suit : les granules "non-déformés" et les granules déformés évoqués précédemment sont ici retrouvés. Il est donc possible d'observer des zones relativement sphériques composées de lamelles de phase α (voir zones délimitées en rouge). Ces zones sont entourées par un nuage de grains α équiaxes plus ou moins interconnectés.

ChC800_2 (Figure 109d) présente une hétérogénéité franche de microstructure par rapport à ChC800_1 (séparation avec la ligne en pointillés rouge voir Figure 110). Malgré des densités et des températures de début de déplacement identiques entre ces deux échantillons, l'observation des microstructures révèle des différences. Ainsi, la puissance électrique dissipée maximale semble être un indicateur pertinent pour évaluer la répétabilité du procédé SPS en termes de températures atteintes par le corps granulaire et donc de microstructures résultantes.

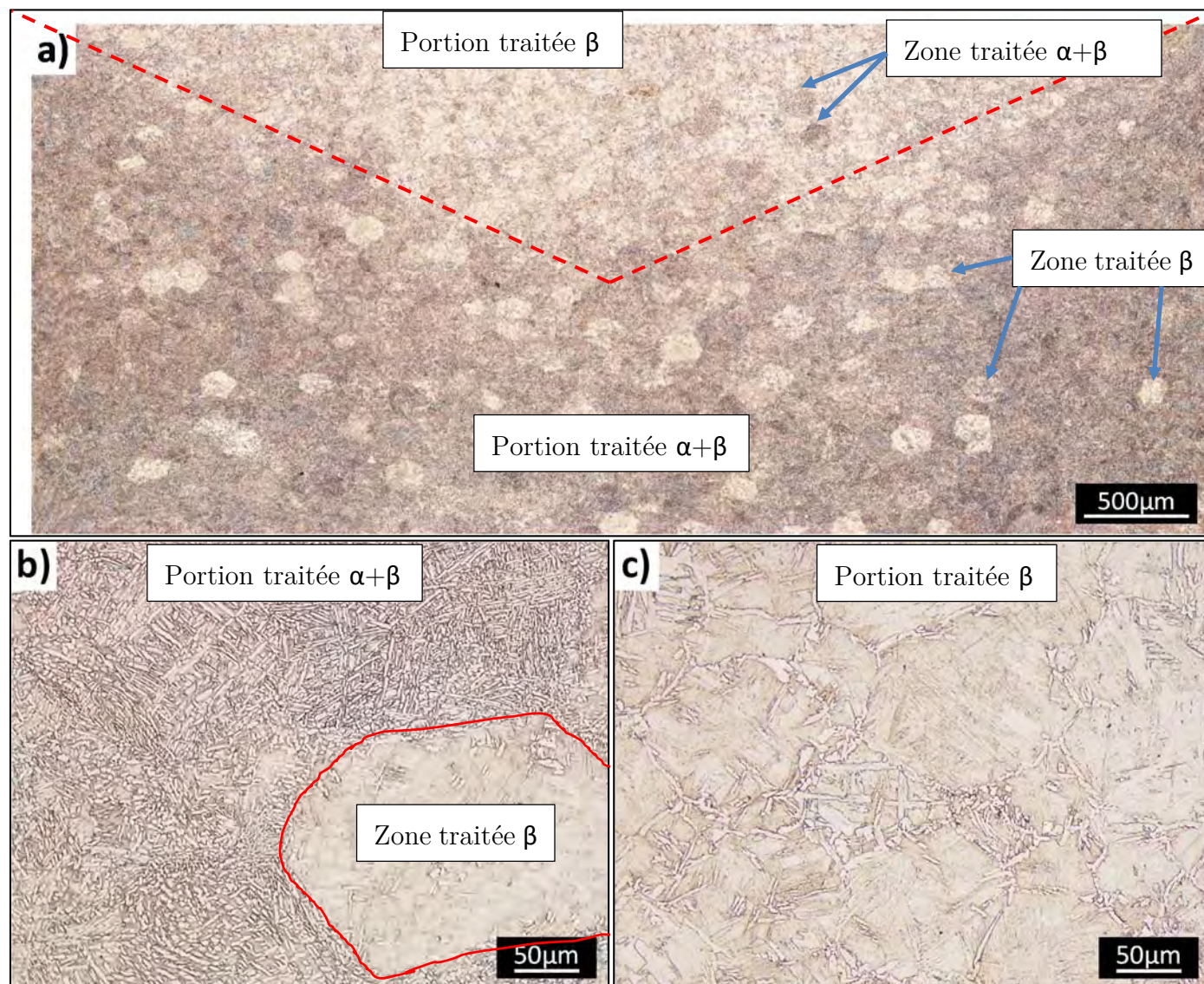


Figure 110 : Microstructure observée en microscopie optique de ChC800_2. a) Ensemble de la coupe ; b) portion traitée $\alpha+\beta$; c) portion traitée β .

La microstructure de ChC800_2 présente une portion majoritairement traitée dans le domaine $\alpha+\beta$ (en dessous de la frontière dessinée en pointillés sur la Figure 110a et agrandissement sur la Figure 110b) et une portion majoritairement traitée dans le domaine β (au-dessus de la frontière dessinée en pointillés rouge sur la Figure 110a et agrandissement sur la Figure 110c). Dans la section 2.2.1.3 (Figure 116), il sera avéré que la portion de microstructure ayant dépassé T_β forme un cône.

De plus, au sein de chaque portion de microstructure, il existe des zones, qui correspondent à des granules de la poudre initiale, ayant dépassé T_β dans le cas de la portion traitée dans le domaine $\alpha+\beta$ et des zones n'ayant pas dépassé T_β dans le cas de la portion traitée dans le domaine β . Les observations de la microstructure des zones de contacts réalisées dans le Chapitre 3 permettent de conclure qu'aucun échauffement suffisamment important ne peut faire dépasser le transus sur l'ensemble d'un granule. Les granules possèdent donc des T_β propres à chacun qui peuvent être dues au procédé

PREP. En effet, l'homogénéité de la composition chimique des granules de la poudre obtenue par PREP dépend de l'homogénéité chimique du lingot à partir duquel elle est obtenue. Ainsi, si des hétérogénéités chimiques sont présentes dans le lingot initial, alors la composition chimique de chaque granule est différente modifiant donc T_β de chaque granule.

La présence d'une portion traitée β sur un des deux essais P_{ch} ainsi que les valeurs de puissance électrique dissipée plus importante pour P_{ch} que pour P_{fr} laissent penser que les températures atteintes par le corps granulaire des essais P_{ch} est plus importante qu'avec P_{fr} . Le contrôle des microstructures semble donc être plus aisé avec P_{fr} qu'avec P_{ch} .

L'augmentation de la température de 750 à 800°C permet de densifier complètement les échantillons. Les microstructures obtenues correspondent à la fin de la genèse initiée avec le frittage à 750°C présentée dans la section 2.2.1.1. Les effets des résistances de contacts sur les températures atteintes par le corps granulaire sont ici nettement observables et conduisent à une microstructure hétérogène pour un des échantillons frittés avec P_{ch} .

2.2.1.3. Frittage SPS à 850°C

Les cycles de frittage P_{fr} avec un palier à 850°C dans la pastilleuse en graphite enregistrés par la machine sont reportés sur les graphes de la Figure 111.

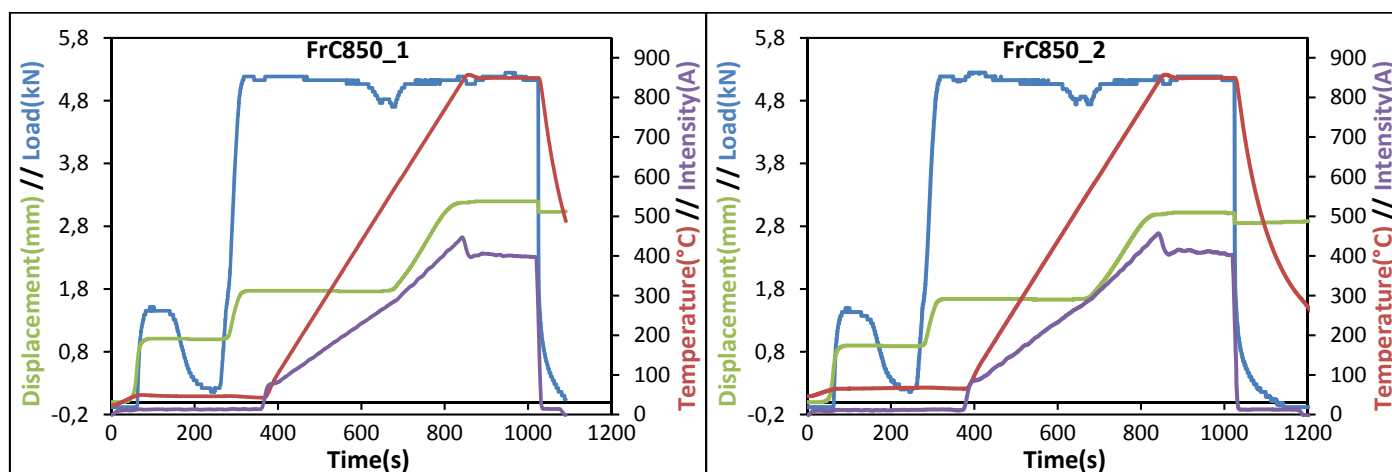


Figure 111 : Cycles de frittage SPS avec les pastilleuses en graphite, avec P_{fr} et palier à 850°C.

Les cycles de FrC850_1 et FrC850_2 sont identiques. Les densités mesurées sont de $98,4 \pm 0,5\%$. La puissance électrique dissipée maximale est respectivement de $1335 \pm 46W$ et de $1373 \pm 47W$. Le début du déplacement est observé respectivement à $537^\circ C$ et $554^\circ C$ (température macroscopique). Une bonne répétabilité est donc observée malgré l'écart de $17^\circ C$ sur le début du déplacement.

Les cycles de frittage P_{ch} avec un palier à 850°C dans la pastilleuse en graphite enregistrés par la machine sont reportés sur les graphes de la Figure 112.

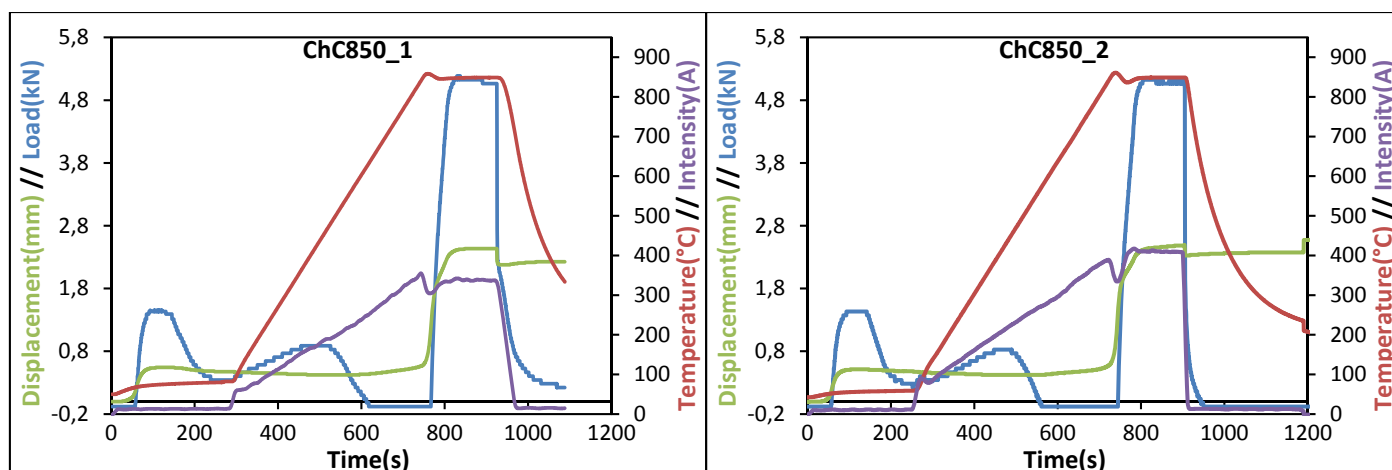


Figure 112 : Cycles de frittage SPS avec les pastilleuses en graphite, avec P_{ch} et palier à 850°C .

Les cycles de ChC850_1 et ChC850_2 sont identiques. Les densités mesurées sont respectivement de $99,0 \pm 0,5\%$ et de $99,6 \pm 0,5\%$. La puissance électrique dissipée maximale est respectivement de $1634 \pm 36\text{W}$ et de $1705 \pm 40\text{W}$. Le début du déplacement est observé respectivement à 617°C et 602°C (température macroscopique). De gros écarts ($\approx 35\%$) sont observés sur les puissances électriques dissipées.

Comme il a été observé précédemment, la puissance électrique dissipée augmente avec l'augmentation de la température de consigne. Ici aussi, les valeurs des puissances électriques dissipées présentent de plus grande différence avec P_{ch} qu'avec P_{fr} .

Les observations en microscopie optique des microstructures des coupes des échantillons densifiés à 850°C avec P_{fr} seulement dans les pastilleuses en graphite sont présentées à la Figure 113. Les essais avec P_{ch} sont présentés par la suite car les microstructures des échantillons présentent de grandes hétérogénéités.

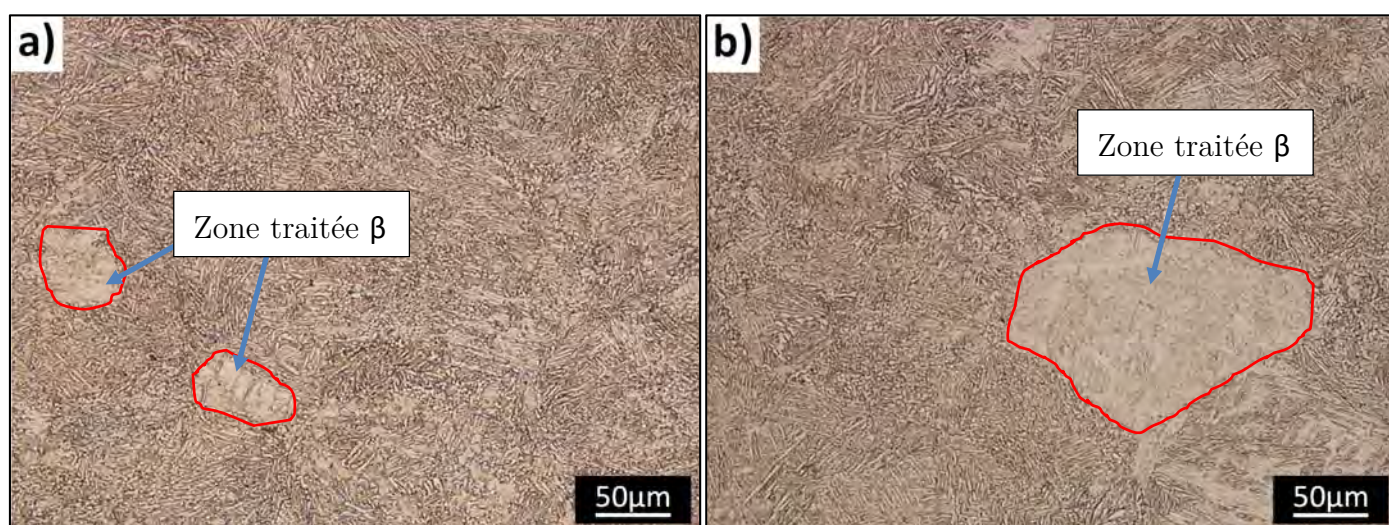


Figure 113 : Microstructures observées en microscopie optique des échantillons frittés à 850°C , avec P_{fr} et les pastilleuses graphite. a) FrC850_1 ; b) FrC850_2.

Les microstructures des deux échantillons sont similaires. Les observations révèlent la présence de zones ponctuelles ayant dépassées T_{β} . Les valeurs de puissance électrique dissipées sont très proches de la valeur de ChC800_2 ($1284 \pm 34 \text{ W}$), qui a une microstructure hétérogène. Cependant, les différences en termes de microstructure ne sont pas aussi marquées (voir Figure 113a et b) que ChC800_2 (voir Figure 110). En effet, P_{fr} permet d'améliorer les contacts et donc de favoriser la dissipation de la chaleur par conduction thermique. Les microstructures de FrC850_1 et FrC850_2 présentent donc seulement des zones ponctuelles ayant dépassées T_{β} et non une portion ayant dépassée T_{β} comme pour ChC800_2. Avec le facteur correctif présenté à la Figure 102, une valeur de température du corps granulaire de 975°C est estimée. Ainsi, la présence de zones ponctuelles ayant dépassé T_{β} indique que la température est probablement proche de cette estimation.

De façon générale, il semble que l'échauffement du corps granulaire soit plus important avec P_{ch} qu'avec P_{fr} . En effet, à 800°C avec P_{ch} , T_{β} peut être dépassée alors qu'à 850°C avec P_{fr} , T_{β} n'est qu'approchée.

Les observations en microscopie optique des microstructures des coupes des échantillons densifiés à 850°C avec P_{ch} dans les pastilleuses en graphite sont présentées à la Figure 114, à la Figure 116 et à la Figure 118.



Figure 114 : Microstructures observées en microscopie optique de ChC850_1. a) Ensemble de la coupe ; b) portion traitée $\alpha+\beta$; c) portion traitée β .

De façon analogue à ChC800_2, ChC850_1 présente une microstructure avec une portion majoritairement traitée dans le domaine β et une portion majoritairement traitée dans le domaine $\alpha+\beta$ (voir Figure 114). La portion correspondante au domaine β est toutefois plus importante. En effet, la puissance électrique dissipée maximale de ChC850_1 est de $1634\pm 36\text{W}$ tandis que celle de ChC800_2 est de $1284\pm 34\text{W}$.

Afin de déterminer la forme de la portion majoritairement traitée dans le domaine β , la demi-lune est à nouveau coupée en deux dans afin d'obtenir un quart de pastille.

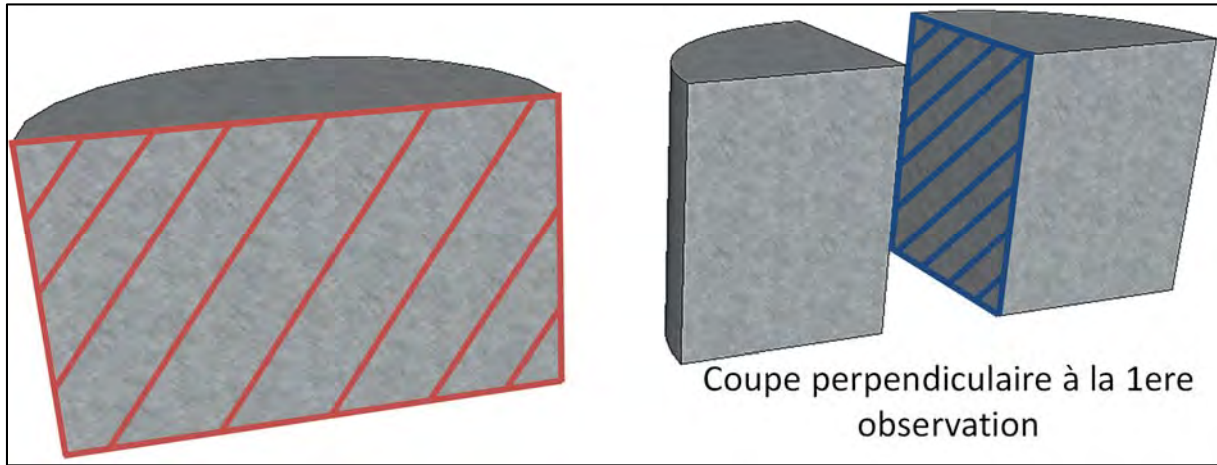


Figure 115 : A gauche, représentation schématique de la demi-lune et surface observée en rouge ; à droite, représentation schématique de la coupe perpendiculaire et surface observée en bleu.

L'observation en microscopie optique de la microstructure en coupe perpendiculaire à la première observation de ChC850_1 est présentée à la Figure 116.

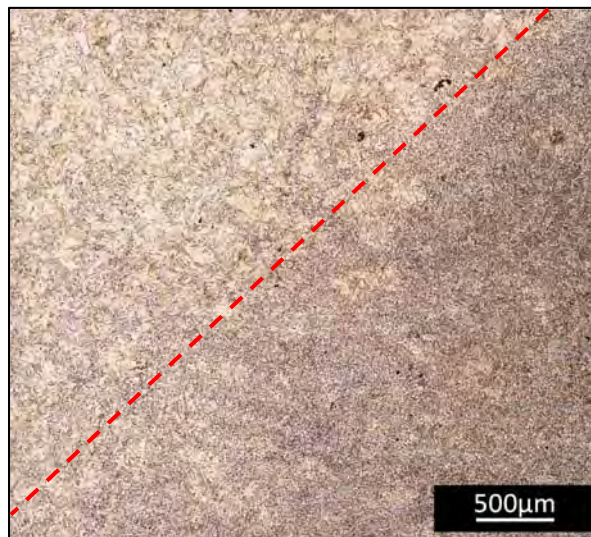


Figure 116 : Microstructure observée en microscopie optique de ChC850_1 dans la coupe perpendiculaire à la première observation. A gauche, la microstructure à cœur, à droite, la microstructure sur le bord de la pastille.

L'observation dans la coupe perpendiculaire permet de déduire que la zone majoritairement traitée dans le domaine β est de forme conique.

A cause des résistances électriques de contact existantes entre le piston et le corps granulaire, un échauffement se produit. Il est maximum au centre. En effet, la chaleur générée par les résistances de contacts est évacuée par conduction thermique sur les parois de la matrice (voir Figure 17).

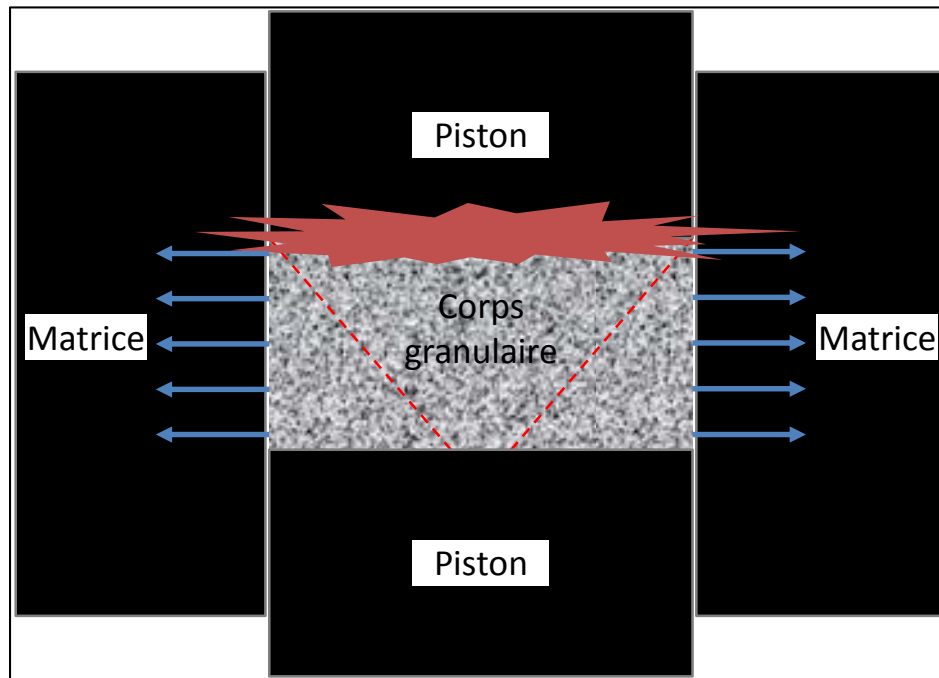


Figure 117 : Vue en coupe de la pastilleuse : résistance électrique de contact importante générant une chaleur importante (en rouge) au niveau du contact piston/corps granulaire. Cette chaleur est évacuée dans la matrice par conduction thermique.

De plus, la base du cône est très probablement la face supérieure. Cette hypothèse est appuyée par les multiples observations du chauffage du piston supérieur avant le piston inférieur lors des essais de frittage.

Pour ChC850_2, la portion majoritairement traitée dans le domaine β est encore plus étendue (voir Figure 118). Encore une fois, la puissance électrique dissipée maximale est plus grande que pour les échantillons précédents ($1705 \pm 40\text{W}$ contre $1634 \pm 36\text{W}$ et $1284 \pm 34\text{W}$ respectivement pour les échantillons ChC850_1 et ChC850_2).

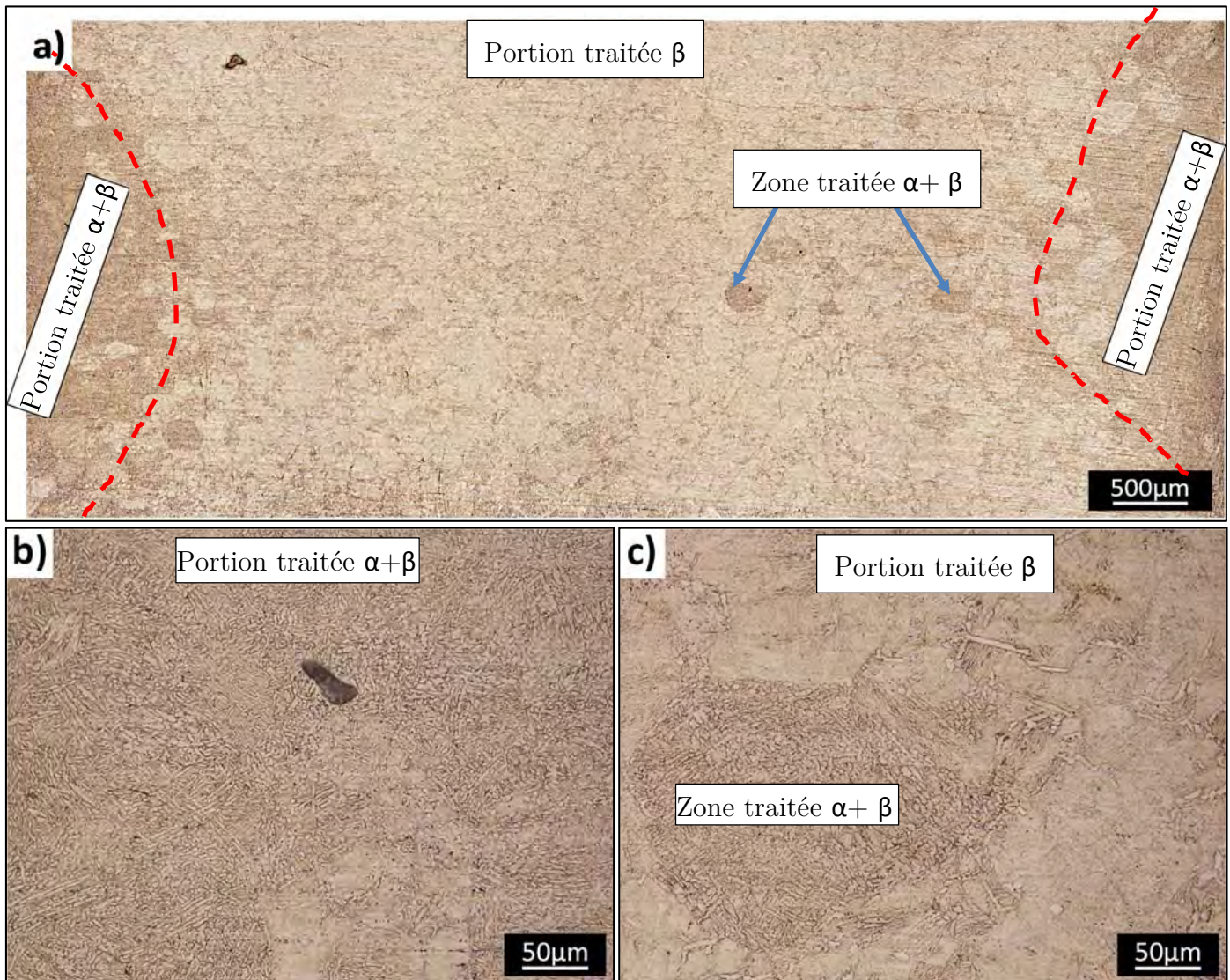


Figure 118 : Microstructures observées en microscopie optique de ChC850_2. a) Ensemble de la coupe ; b) zone traitée $\alpha+\beta$; c) zone traitée β .

En lieu et place de former une zone conique, ici la zone a une forme de sablier (Figure 118a). L'échauffement observé jusqu'ici à cause des résistances électriques de contact sur une des faces du corps granulaire semble également se produire sur l'autre face à cause d'un courant électriques plus important. Les sources d'échauffement sont donc les deux faces du corps granulaire et il en résulte la formation d'un sablier avec le constat d'une symétrie horizontale de la microstructure à mi-épaisseur.

Les différences observées entre ChC850_1 et ChC850_2 s'expliquent par l'écart important des puissances électriques dissipées.

Des ilots de zones traitées $\alpha+\beta$ dans la zone majoritairement β et des zones traitées β dans la zone majoritairement $\alpha+\beta$ sont retrouvés. Ces observations appuient l'hypothèse que les granules possèdent des T_β différents les uns des autres.

Toutes les microstructures observées pour une température de consigne de 850°C présentent des hétérogénéités qui sont plus importantes pour les essais avec P_{ch} . Les observations permettent également de constater que les températures atteintes par le corps granulaire avec P_{ch} sont plus importantes qu'avec P_{fr} puisque des portions ayant dépassées T_{β} sont présentes pour P_{ch} alors que seules quelques zones ponctuelles ayant dépassées T_{β} sont observées pour P_{fr} .

2.2.1.4. Frittage SPS à 900°C

Les cycles de frittage P_{fr} avec un palier à 900°C dans la pastilleuse en graphite enregistrés par la machine sont reportés sur les graphes de la Figure 119.

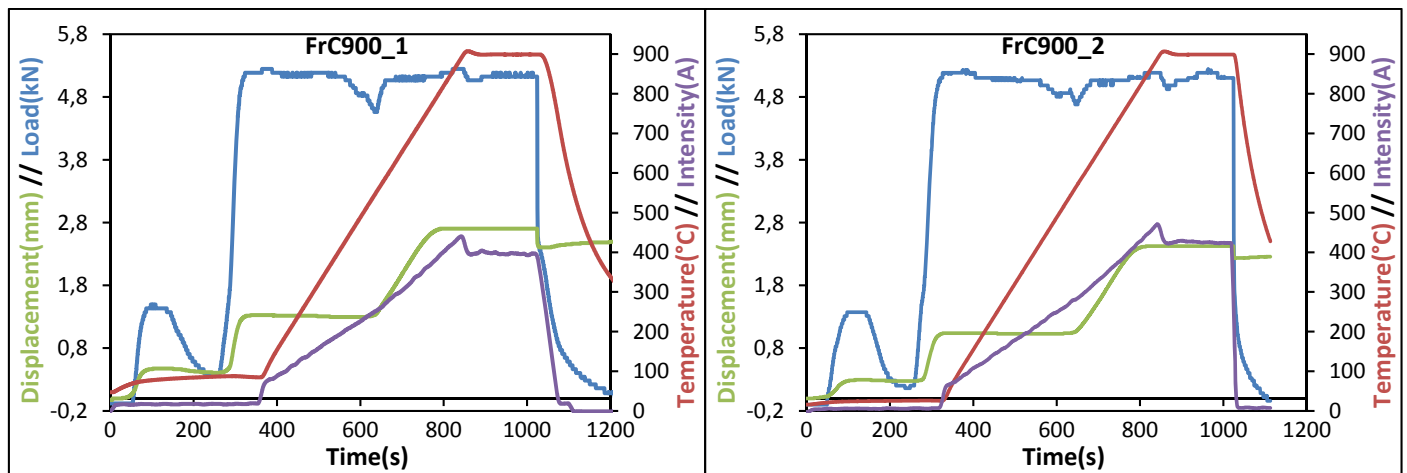


Figure 119 : Cycles de frittage SPS avec les pastilleuses en graphite, avec P_{fr} et palier à 900°C.

Les cycles de FrC900_1 et FrC900_2 sont identiques. Les densités mesurées sont respectivement de $98,4 \pm 0,5\%$ et de $98,9 \pm 0,5\%$. La puissance électrique dissipée maximale est respectivement de $1420 \pm 45W$ et de $1425 \pm 48W$. Le début du déplacement est observé respectivement à 522°C et 533°C (température macroscopique). Une excellente répétabilité est donc observée.

Les cycles de frittage P_{ch} avec un palier à 900°C dans la pastilleuse en graphite enregistrés par la machine sont reportés sur les graphes de la Figure 120.

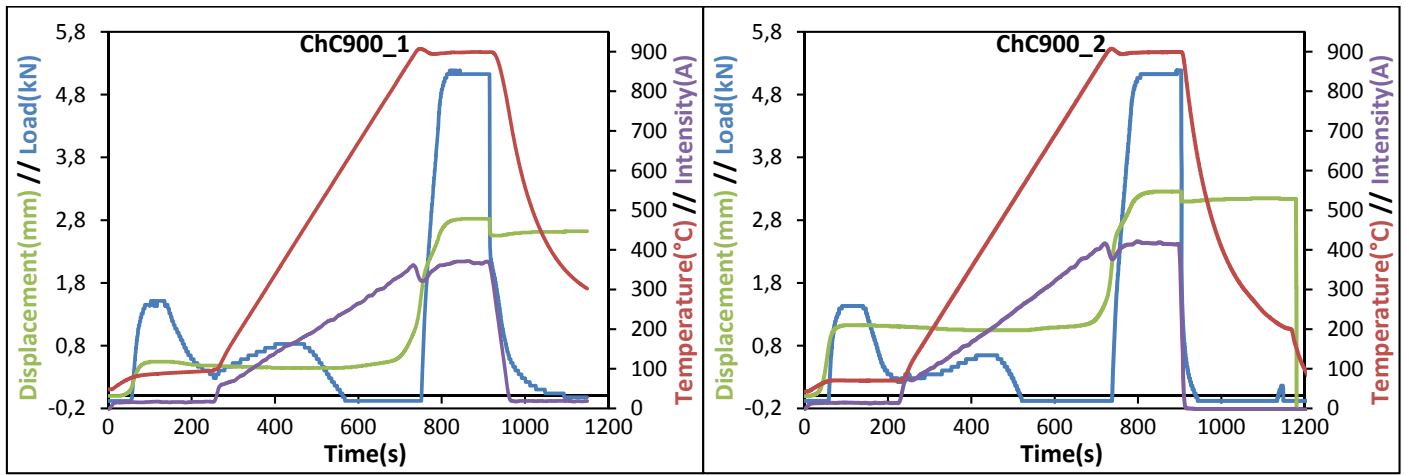


Figure 120 : Cycles de frittage SPS avec les pastilleuses en graphite, avec P_{ch} et palier à 900°C.

Les cycles de ChC900_1 et ChC900_2 sont identiques. Les densités mesurées sont respectivement de $98,7 \pm 0,5\%$ et de $99,4 \pm 0,5\%$. La puissance électrique dissipée maximale est respectivement de $1632 \pm 37W$ et de $1576 \pm 42W$. Le début du déplacement est observé respectivement à 629°C et 604°C (température macroscopique). Une répétabilité moins bonne qu'avec P_{fr} est donc observée mais reste toutefois satisfaisante.

Comme il a été observé précédemment, la puissance électrique dissipée augmente avec l'augmentation de la température de consigne. Pour cette température également, les valeurs des puissances électriques dissipées présentent de plus grandes différences avec P_{ch} qu'avec P_{fr} .

Les observations en microscopie optique des microstructures des échantillons densifiés à 900°C dans les pastilleuses en graphite sont présentées à la Figure 121.



Figure 121 : Microstructures observées en microscopie optique des échantillons frittés à 900°C avec les pastilleuses graphite. a) FrC900_1 ; b) FrC900_2 ; c) ChC900_1 ; ChC900_2.

Les quatre échantillons présentent une microstructure traitée dans le domaine β de type Widmanstätten. Les tailles moyennes des éléments microstructuraux sont reportées dans le Tableau 39.

Tableau 39 : Taille des éléments microstructuraux des échantillons frittés à 900°C dans les pastilleuses en graphite.

Essai	FrC900_1	FrC900_2	ChC900_1	ChC900_2
Ex-grains β	$178 \pm 8 \mu\text{m}$	$164 \pm 17 \mu\text{m}$	$156 \pm 12 \mu\text{m}$	$160 \pm 16 \mu\text{m}$
Largeur de lamelles	$1,2 \pm 0,2 \mu\text{m}$	$1,1 \pm 0,2 \mu\text{m}$	$1,2 \pm 0,2 \mu\text{m}$	$1,2 \pm 0,2 \mu\text{m}$

Les échantillons présentent des éléments microstructuraux avec des tailles très proches. Une très bonne répétabilité est ainsi observée.

Suite à l'observation des échantillons présentant des portions majoritairement traitées dans le domaine β , il est possible d'imaginer que certaines parties dépassent T_β avant d'autres (les faces supérieures et inférieures). Des différences de taille d'ex grains β sont donc attendues. Cependant, aucun écart n'est observé. Ainsi, soit le dépassement de T_β

se fait de façon uniforme, soit les différentes zones dépassent T_β successivement mais avec des écarts très courts en temps.

Au-delà de 900°C, des microstructures similaires sont observées mais avec des tailles d'ex-grains β plus élevées. Les largeurs des lamelles α sont cependant identiques.

2.2.2. Conclusions intermédiaires

Dans les conditions d'essais de frittage choisies pour cette étude, l'obtention de pastilles de TA6V denses est possible à partir d'une température de consigne de 800°C. Cependant, la densification n'est pas terminée à 750°C car une certaine pente de la courbe de déplacement est encore présente à la fin de l'essai. En augmentant le temps de palier, une densification plus importante peut donc être atteinte.

Les puissances électriques dissipées maximales sont reportées en fonction de la température de consigne sur le graphe de la Figure 122.

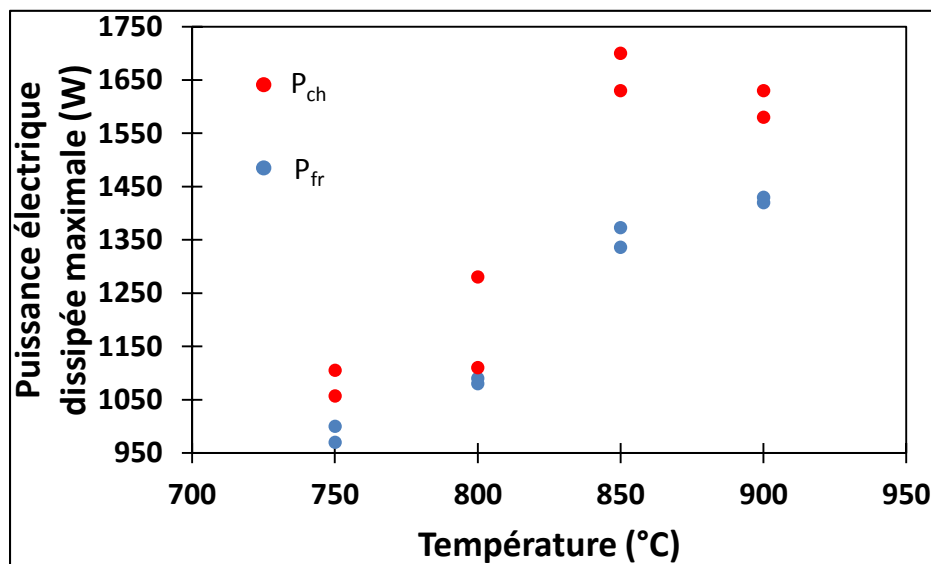


Figure 122 : Puissance électrique dissipée maximale en fonction de la température de consigne pour la pastilleuse en graphite.

La puissance dissipée semble augmenter progressivement jusqu'à 850°C avec toutefois plus de dispersion des valeurs pour P_{ch} .

Les essais de frittage SPS présentent une meilleure répétabilité lorsque P_{fr} est utilisé. Les puissances électriques dissipées sont alors plus proches et les microstructures observées sont similaires. Lorsque la puissance électrique dissipée est différente pendant un essai de frittage où les paramètres sont identiques, des différences de microstructures peuvent être observées sur l'échantillon fritté. La puissance électrique dissipée semble donc être un indicateur pertinent pour évaluer la répétabilité d'un essai de frittage SPS.

Lorsque la température de la poudre ne dépasse pas T_β , les microstructures sont homogènes et constituées de zones de lamelles de phase α entourées par un nuage de grains α équiaxes plus ou moins interconnectés sans effet notable du moment d'application de la pression. Lorsque la température de la poudre approche T_β , des zones ponctuelles voire des portions de la pastille présentent une microstructure lamellaire typique d'un traitement dans le domaine β . Ces hétérogénéités de microstructure apparaissent pour des températures de consigne plus faibles pour P_{ch} , indiquant que la température atteinte par le corps granulaire est plus importante avec P_{ch} . La présence de zones ponctuelles ayant dépassé T_β sont observées pour une température de consigne de 850°C avec P_{fr} , équivalent à une température du corps granulaire d'environ 975. La seule présence de zones ponctuelles ayant dépassées T_β indique donc que la température atteinte par le corps granulaire est d'environ 975°C. Au-delà de T_β , la microstructure est lamellaire et homogène.

2.2.3. Pastilleuse en WC-Co

Comparativement aux essais avec la pastilleuse en graphite, la température de début de déplacement est plus faible avec la pastilleuse en WC-Co (environ 50°C de moins pour P_{ch} et 150°C de moins pour P_{fr}). Il est donc raisonnable dans une première approche de penser qu'une température de palier décalée d'autant (soit $\approx 650^\circ\text{C}$) peut conduire à des résultats similaires. Or, lors d'un frittage à 650°C, la densité finale s'avère moindre et la transformation de la martensite n'est pas opérée. Ces essais ne sont donc pas présentés ici.

Une explication de ce phénomène est proposée : du fait d'une plus faible résistivité, la quantité de courant nécessaire pour atteindre la température de consigne est plus importante pour les pastilleuses WC-Co que les pastilleuses graphite. Un plus grand échauffement a donc lieu pour ce qui concerne le corps granulaire (si les proportions de courant passant par le corps granulaire sont les mêmes selon qu'on utilise les pastilleuses en WC-Co ou en graphite), ce qui explique un début de frittage à plus basse température. Lorsque la température pendant l'essai augmente, la valeur de la conductivité thermique du WC-Co s'approche de celle du graphite. La chaleur évacuée à partir de la poudre devient donc similaire à celle évacuée par le graphite. La température du corps granulaire au palier avec la pastilleuse en WC-Co est donc plus proche de la température du corps granulaire au palier lorsque la pastilleuse graphite est utilisé.

2.2.3.1. Frittage SPS à 700°C

Les cycles de frittage P_{fr} avec un palier à 700°C dans la pastilleuse en WC-Co enregistrés par la machine sont reportés sur les graphes de la Figure 123.

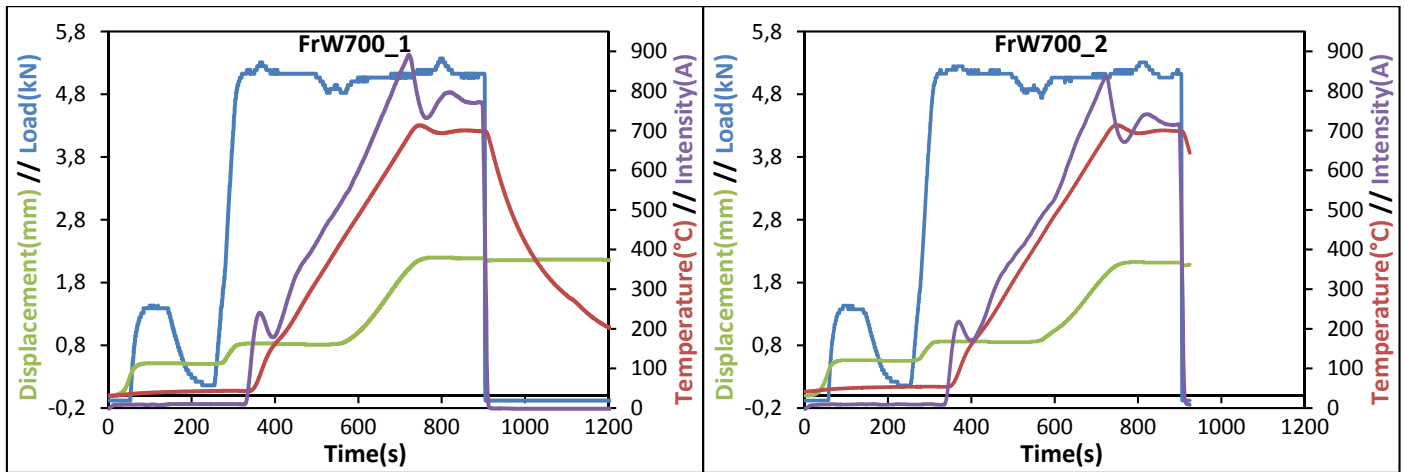


Figure 123 : Cycles de frittage SPS avec les pastilleuses en WC-Co, avec P_{fr} et palier à 800°C.

Les cycles de FrW700_1 et FrW700_2 sont identiques. Les densités mesurées sont respectivement de $98,4 \pm 0,5\%$ et de $97,8 \pm 0,5\%$. La puissance électrique dissipée maximale est respectivement de $2084 \pm 90W$ et de $1923 \pm 85W$. Le début du déplacement est observé respectivement à 394°C et 405°C (température macroscopique). Une excellente répétabilité est donc observée.

Les cycles de frittage P_{ch} avec un palier à 700°C dans la pastilleuse en WC-Co enregistrés par la machine sont reportés sur les graphes de la Figure 124.

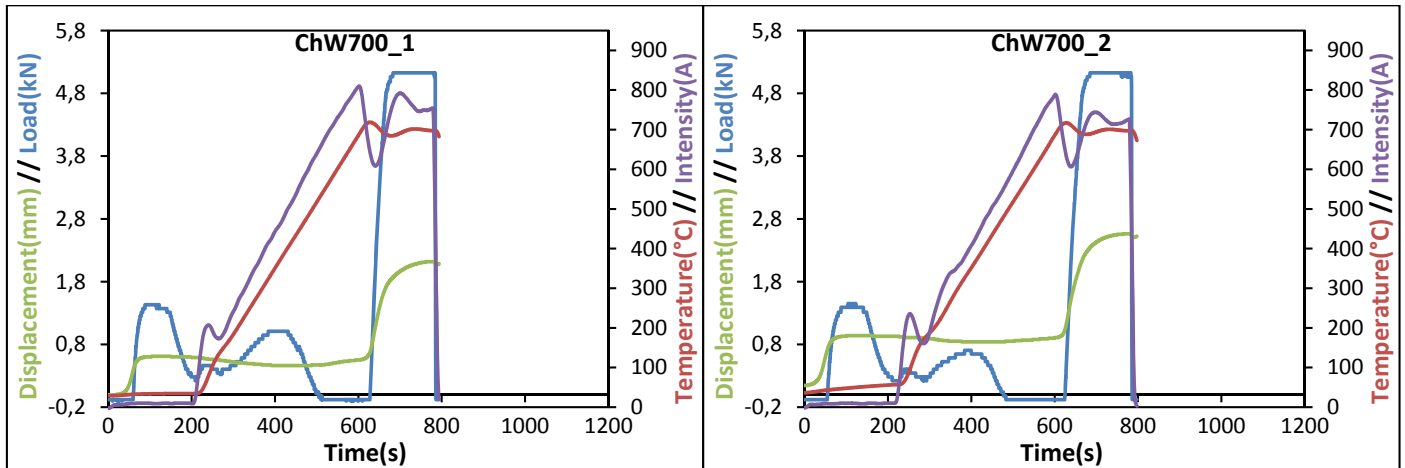


Figure 124 : Cycles de frittage SPS avec les pastilleuses en WC-Co, avec P_{ch} et palier à 700°C.

Les cycles de ChW700_1 et ChW700_2 sont similaires. Une fluctuation de l'intensité de la courbe d'intensité du courant est observée dans les premiers instants du chauffage pour ChW700_2. Ces fluctuations sont dues à un jeu de PID utilisé pour la régulation qui est adapté pour la pastilleuse en graphite. Le réglage des PID n'a pas été réalisé dans ces travaux de thèse. Les densités mesurées sont respectivement de $98,0 \pm 0,5\%$ et de

97,6±0,5%. La puissance électrique dissipée maximale est respectivement de 2762±82W et de 2548±79W. L'écart des valeurs est conservé. Le début du déplacement est observé respectivement à 560°C et 539°C (température macroscopique). Une moins bonne répétabilité est observée par rapport à P_{fr} mais reste satisfaisante.

Les observations en microscopie optique des microstructures des coupes des échantillons densifiés à 700°C dans les pastilleuses en WC-Co sont présentées à la Figure 125.

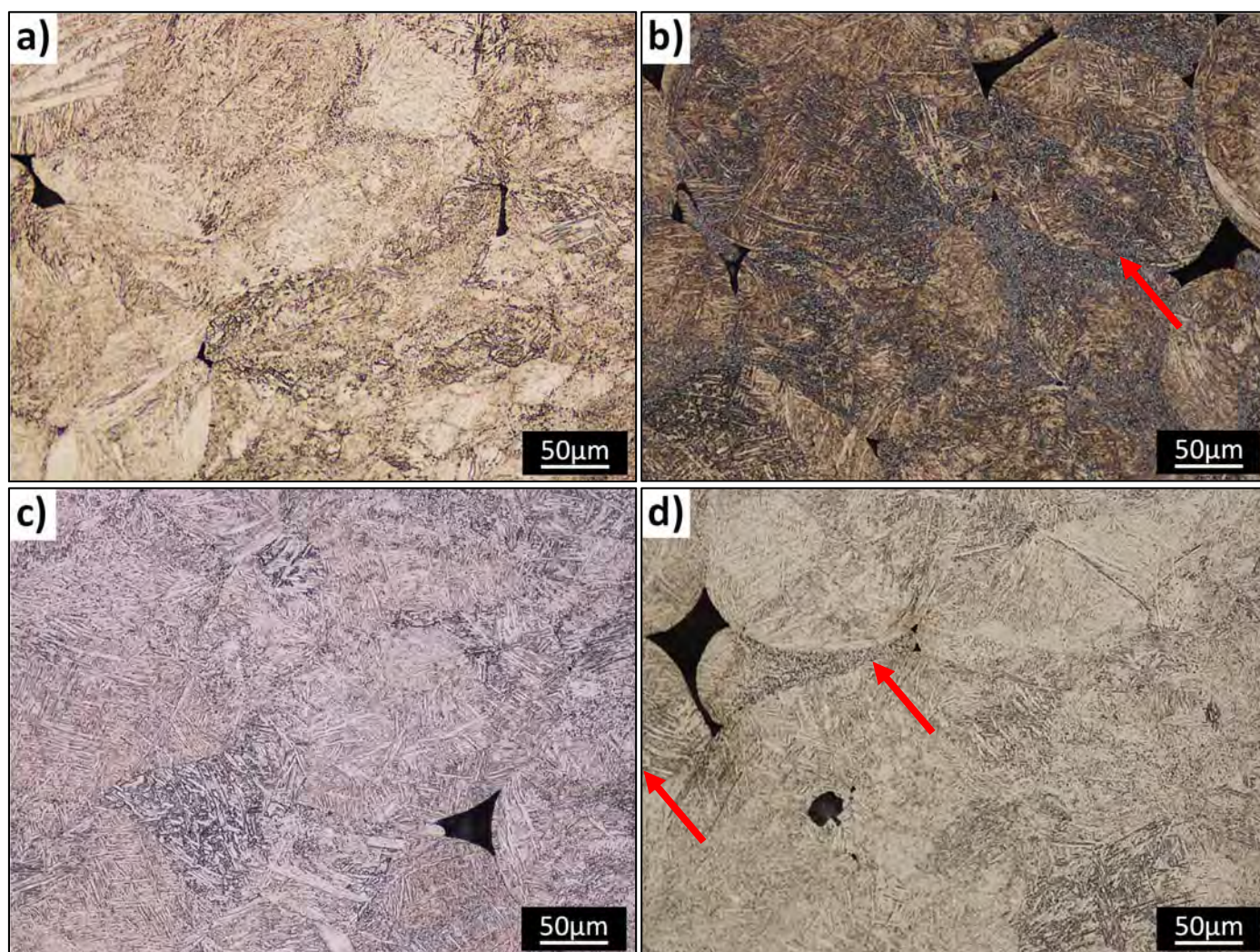


Figure 125 : Microstructures observées en microscopie optique des échantillons frittés à 700°C avec les pastilleuses WC-Co. a) FrW700_1 ; b) FrW700_2 ; c) ChW700_1 ; ChW700_2.

Les microstructures observées sont similaires aux microstructures des échantillons frittés dans les pastilleuses en graphite à 750°C. Ici aussi, certains granules sont très déformés (voir flèches rouges) tandis que d'autres le sont moins. Le même processus de formation de la microstructure finale s'engage pour les pastilleuses WC-Co que pour les pastilleuses graphite.

Il est possible également de déduire que la proportion de courant circulant dans le corps granulaire est plus faible par rapport aux essais de frittage utilisant des pastilleuses en graphite. En effet, malgré des puissances dissipées plus importantes avec les pastilleuses

WC-Co, de l'ordre de grandeur de celles des échantillons ayant dépassés T_β avec les pastilleuses en graphite, les températures atteintes par les corps granulaires avec les pastilleuses WC-Co restent bien en dessous de T_β . La plus faible résistivité du WC-Co par rapport à celle du graphite ($73\mu\text{ohm.cm}^{[151]}$ contre $882\mu\text{ohm.cm}^{[152]}$ à 700°C) affecte grandement les chemins de circulation du courant : la majorité du courant passe ici par la matrice. Le chauffage par effet Joule du corps granulaire est donc réduit au profit d'un chauffage par conduction thermique plus important mais difficilement quantifiable.

2.2.3.2. Frittage SPS à 750°C

Les cycles de frittage P_{fr} avec un palier à 750°C dans la pastilleuse en WC-Co enregistrés par la machine sont reportés sur les graphes de la Figure 126.

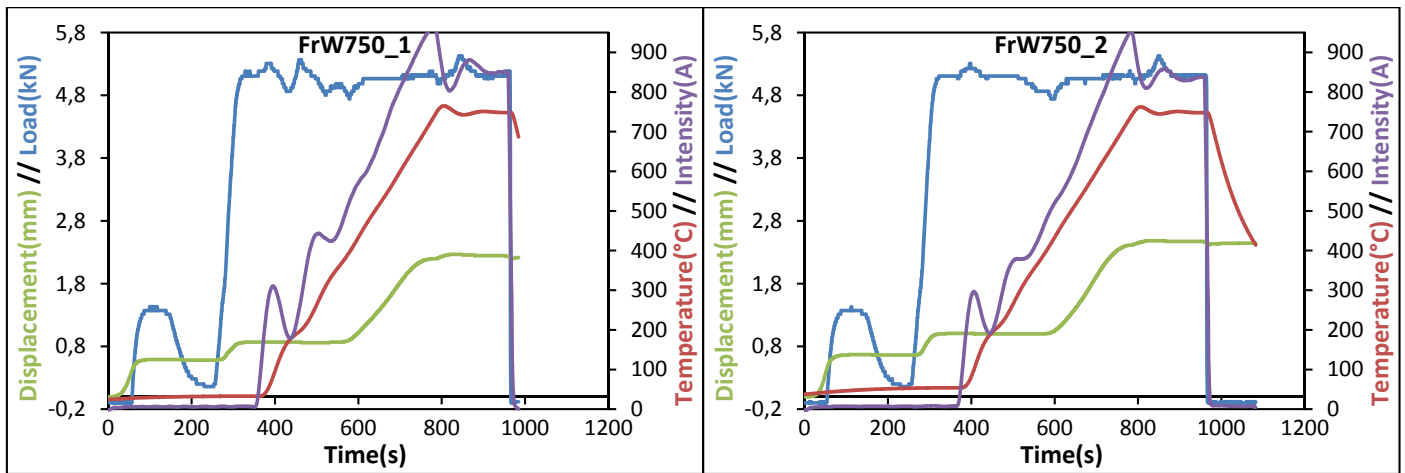


Figure 126 : Cycles de frittage SPS avec les pastilleuses en WC-Co, avec P_{fr} et palier à 800°C .

Les cycles de FrW750_1 et FrW750_2 sont identiques. Les densités mesurées sont respectivement de $99,1\pm 0,5\%$ et de $99,0\pm 0,5\%$. La puissance électrique dissipée maximale est respectivement de $2512\pm 98\text{W}$ et de $2333\pm 96\text{W}$. Le début du déplacement est observé respectivement à 381°C et 406°C (température macroscopique). Une répétabilité satisfaisante est donc observée.

Les cycles de frittage P_{ch} avec un palier à 750°C dans la pastilleuse en WC-Co enregistrés par la machine sont reportés sur les graphes de la Figure 127.

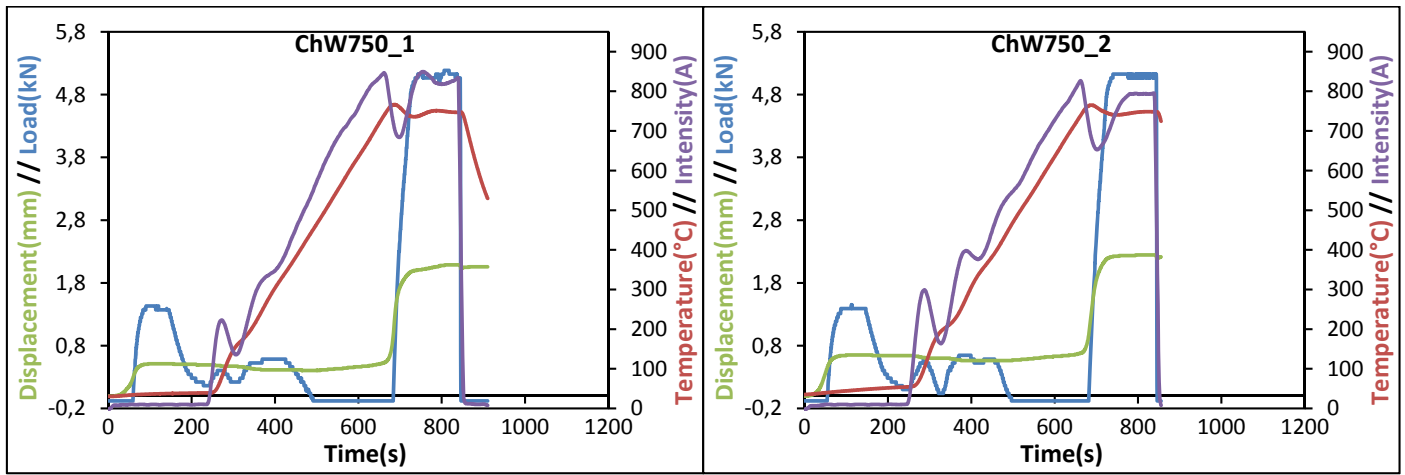


Figure 127 : Cycles de frittage SPS avec les pastilleuses en WC-Co, avec Pch et palier à 750°C.

Les cycles de ChW750_1 et ChW750_2 sont relativement similaires. Une fluctuation de la courbe d'intensité du courant est observée dans les premiers instants du chauffage pour ChW750_2. Les densités mesurées sont de $99,1 \pm 0,5\%$ pour les deux échantillons. La puissance électrique dissipée maximale est respectivement de $3422 \pm 86\text{W}$ et de $2873 \pm 83\text{W}$. Le début du déplacement est observé respectivement à 556°C et 515°C (température macroscopique). La répétabilité est moyennement satisfaisante. Elle est moins bonne que pour les échantillons frittés avec P_{fr} .

Les observations en microscopie optique des microstructures des coupes des échantillons densifiés à 750°C dans les pastilleuses en WC-Co sont présentées à la Figure 128.

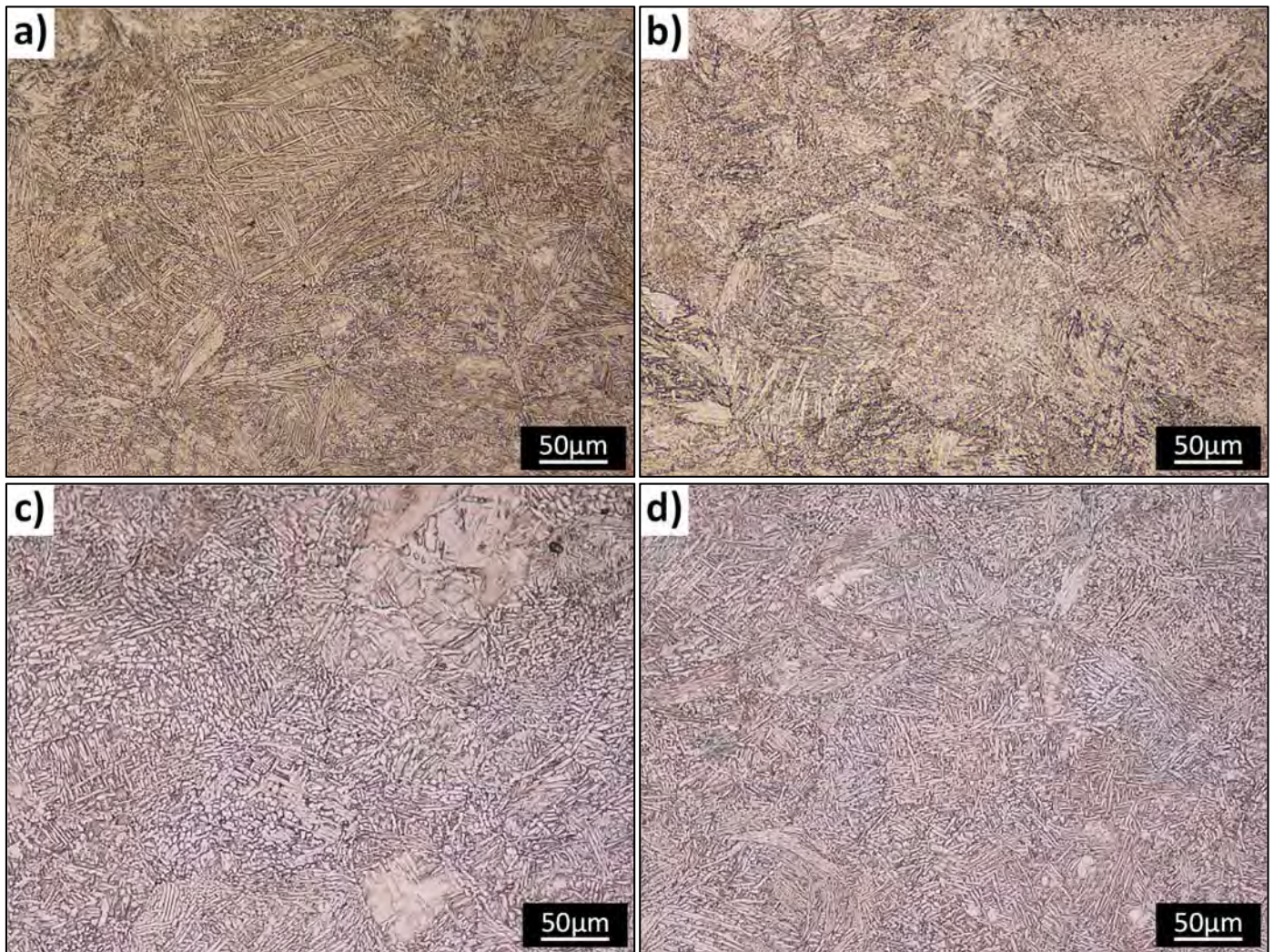


Figure 128 : Microstructures observées en microscopie optique des échantillons frittés à 750°C avec les pastilleuses WC-Co. a) FrW750_1 ; b) FrW750_2 ; c) ChW750_1 ; ChW750_2.

Les microstructures des échantillons frittés avec P_{fr} (Figure 128a et b) présentent des similitudes avec les échantillons frittés à 800°C dans les pastilleuses en graphite (Figure 109a et b). Les microstructures se composent de zones de grains α équiaxes et de zones constituées de lamelles de phase α .

Concernant ChW750_1 et ChW750_2, les différences marquées de puissance électrique dissipée maximales (respectivement de $3422 \pm 86W$ et de $2873 \pm 83W$) entraînent des différences notables sur les microstructures. ChW750_2 présente une microstructure homogène présentée à la Figure 128d tandis que ChW750_1 (Figure 128c), présente des zones ponctuelles ayant dépassées T_{β} sans toutefois comporter de portion majoritairement traitée dans le domaine β .

Une vue de l'ensemble de la coupe de ChW750_1 est présentée à la Figure 129.

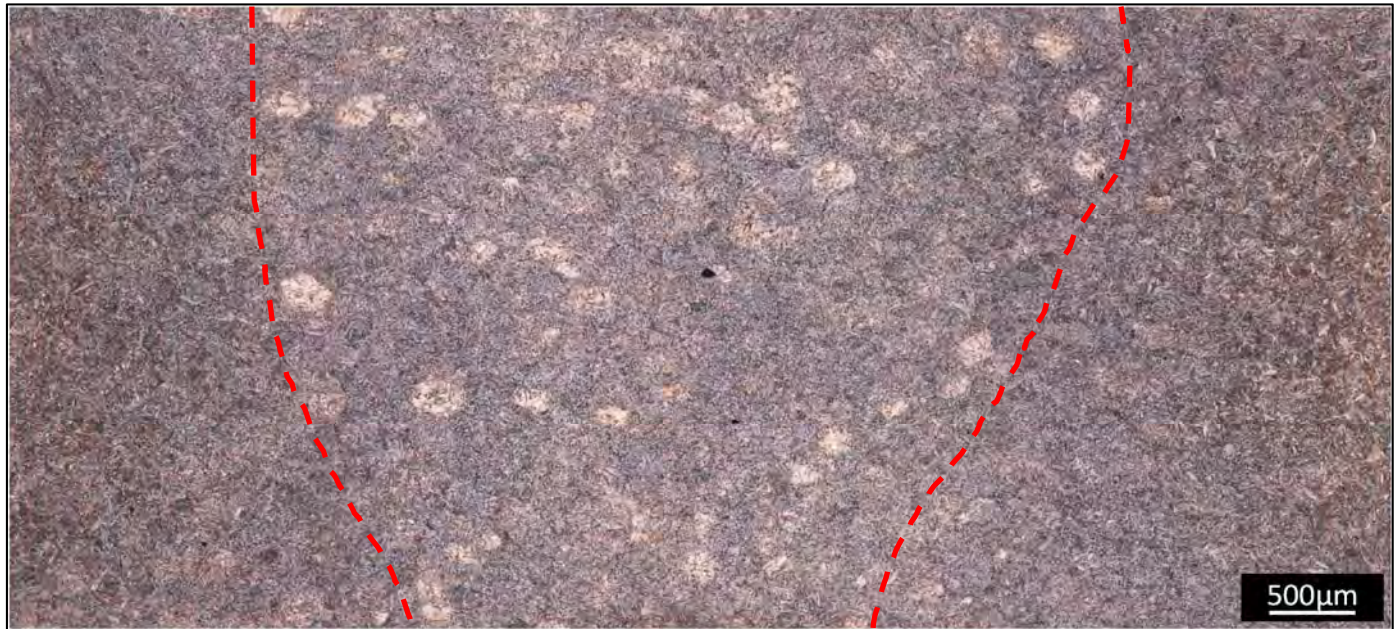


Figure 129 : Microstructure observée en microscopie optique de l'ensemble de la coupe de ChW750_1.

Les zones ponctuelles traitées dans le domaine β pour ChW750_2 sont concentrées dans l'axe central de la pastille, tout comme les échantillons présentant des portions majoritairement traitées dans le domaine β (ChC850_1, ChC850_2, ChC800_2).

Ici aussi, la température atteinte par le corps granulaire avec P_{ch} est plus importante qu'avec P_{fr} .

2.2.4. Conclusions intermédiaires

Les microstructures observées des échantillons obtenus avec les pastilleuses WC-Co ressemblent aux microstructures des échantillons obtenus avec les pastilleuses graphite. Ces mêmes microstructures sont observées pour des températures de consigne inférieures de 50°C. Ici aussi, la température atteinte par le corps granulaire avec P_{ch} est plus importante qu'avec P_{fr} comme en témoigne la présence de zones ponctuelles ayant dépassées T_{β} pour ChW750_1.

2.2.5. Discussion

Les conditions d'essais étaient les suivantes : température de palier de 750 à 900°C avec les pastilleuses en graphite et de 700 à 750°C avec les pastilleuses en WC-Co. Une vitesse de chauffage de 100°C/min est imposée. Une pression de 100MPa est appliquée soit au début du cycle de frittage soit à l'arrivée au palier de température qui dure 3min.

Les températures de début de déplacement selon les différentes conditions de frittages sont reportées dans le Tableau 40.

Tableau 40 : Températures macroscopiques de début de déplacement.

Essai	Pastilleuse graphite Pfr	Pastilleuse graphite Pch	Pastilleuse WC-Co Pfr	Pastilleuse WC-Co Pch
Température macroscopique de début de déplacement	541±9°C	608±12°C	396±17°C	542±28°C

Les températures macroscopiques de début de déplacement sont plus faibles lorsque la pression est appliquée à froid. Lorsque la pastilleuse graphite est remplacée par celle en WC-Co, ces températures diminuent également. Dans ce cas, cela est lié à la plus faible résistivité du WC-Co par rapport à celle du graphite. Un courant d'intensité plus importante est donc nécessaire pour atteindre une même température de consigne dans la pastilleuse WC-Co. Les échauffements aux interfaces piston/papyex/corps granulaire et aux interfaces piston/matrice sont donc plus élevés avec les pastilleuses en WC-Co qu'avec les pastilleuses en graphite. Ainsi, la poudre atteint plus rapidement sa température de début de frittage. Cependant, ce décalage de température ne reste pas constant. L'observation des microstructures révèle que les températures atteintes par le corps granulaire lors du frittage dans les pastilleuses en WC-Co sont finalement du même ordre de grandeur que celles atteintes avec les pastilleuses en graphite. Cela s'explique probablement par le fait que l'avancée du frittage permet également d'améliorer la qualité des contacts entre le corps granulaire et la pastilleuse¹⁵³ et les échauffements dus aux résistances électriques de contact sont donc certainement diminués. Une certaine évacuation par conduction thermique de la chaleur générée par effet Joule prend alors le pas sur l'échauffement du corps granulaire.

Les densités relatives, les puissances dissipées ainsi que le type de microstructure (traitée $\alpha+\beta$ ou traitée β) sont reportés pour chaque échantillon dans le Tableau 41 pour les pastilleuses en graphite et dans le Tableau 42 pour les pastilleuses en WC-Co.

Tableau 41 : Densités relatives, puissances électriques dissipées et type de microstructure observé pour les échantillons frittés dans les pastilleuses en graphite.

Essai	Densité relative ($\pm 0,5\%$)	Puissance électrique dissipée maximale (W)	Microstructure	Essai	Densité relative ($\pm 0,5\%$)	Puissance électrique dissipée maximale (W)	Microstructure
FrC750_1	97,9%	996 \pm 39	$\alpha+\beta$	ChC750_1	97,1%	1105 \pm 34	$\alpha+\beta$
FrC750_2	97,9%	970 \pm 38	$\alpha+\beta$	ChC750_2	96,7%	1057 \pm 33	$\alpha+\beta$
FrC800_1	98,8%	1088 \pm 38	$\alpha+\beta$	ChC800_1	99,1%	1112 \pm 32	$\alpha+\beta$
FrC800_2	98,9%	1082 \pm 40	$\alpha+\beta$	ChC800_2	99,3%	1284 \pm 34	$\alpha+\beta$ et 28%portion β
FrC850_1	98,4%	1335 \pm 46	$\alpha+\beta$ et 2,5%zones ponctuelles β	ChC850_1	99,0%	1634 \pm 36	$\alpha+\beta$ et 48%portion β
FrC850_2	98,4%	1373 \pm 47	$\alpha+\beta$ et 1%zones ponctuelles β	ChC850_2	99,6%	1705 \pm 40	$\alpha+\beta$ et 83%portion β
FrC900_1	98,4%	1420 \pm 45	β	ChC900_1	98,7%	1632 \pm 37	β
FrC900_2	98,9%	1425 \pm 48	β	ChC900_2	99,4%	1576 \pm 42	β

Pour une température de consigne de 750°C (macroscopique) avec les pastilleuses en graphite, une densification complète est difficile à obtenir avec un palier de 3min. Cependant, la courbe de déplacement ayant encore une certaine pente à la fin de l'essai, un palier allongé pourrait permettre une densification plus importante. Pour les autres conditions, les densifications relatives mesurées sont constamment au-delà de 98,4%. Cependant, les observations des microstructures sur des coupes permettent d'affirmer que les densifications réelles sont très proches de 100% car aucune porosité résiduelle n'est visible. Ces valeurs mesurées inférieures à la valeur réelle sont dues en grande partie au papyex résiduel en surface de pastille (malgré le polissage) ainsi qu'aux aspérités des surfaces des pastilles qui viennent perturber les pesées dans l'eau réalisées pour la détermination de la densité par la méthode d'Archimède. En matière de puissance électrique dissipée, les répétabilités sont meilleures avec P_{fr} . Grâce à de meilleurs contacts, les pics d'échauffements locaux sont limités. Ainsi, des microstructures plus homogènes et répétables sont observées avec P_{fr} . Les microstructures plus hétérogènes observées avec P_{ch} sont très probablement liées aux écarts de puissances électriques dissipées elles-mêmes liées à la faible qualité des contacts surfaciques lors du frittage. Ces contacts sont la cause de résistances locales importantes produisant un fort échauffement difficilement contrôlable.

Des mesures de température à cœur du corps granulaire ont permis de déterminer un facteur correctif d'environ 1,15 entre la température de consigne et la température du

corps granulaire. L'observation de zones ponctuelles ayant dépassées T_{β} pour FrC850_1 et FrC850_2 se fait donc pour une température de corps granulaire d'environ 975°C. Cette température est proche de T_{β} ($\approx 991^{\circ}\text{C}$). La présence de zones ponctuelles traitées dans le domaine β (FrC850_1 et FrC850_2, voir Figure 113) peut donc bien s'expliquer par des variations de composition chimique modifiant les T_{β} des granules. L'observation de la microstructure du TA6V peut donc servir de traceur métallurgique pour la connaissance des températures intérieures réelles. L'écart de température qui existe entre le corps granulaire et le thermocouple de contrôle semble être critique aux alentours de 800°C avec P_{ch} exclusivement et de 850°C pour l'ensemble des essais utilisant des pastilleuses en graphite. Ces températures sont évidemment propres au système utilisé ici. L'optimisation de la répétabilité lors du frittage SPS du TA6V doit se concentrer sur la recherche de ce domaine de températures critiques. Il conviendra donc de conserver des marges de température pour s'assurer d'obtenir une répétabilité satisfaisante en termes de microstructures et donc de propriétés mécaniques.

Tableau 42 : Densités relatives, puissances électriques dissipées et domaines de traitements thermiques des microstructures pour les échantillons frittés dans les pastilleuses en WC-Co.

Essai	Densité relative ($\pm 0,5\%$)	Puissance électrique dissipée maximale (W)	Microstructure	Essai	Densité relative ($\pm 0,5\%$)	Puissance électrique dissipée maximale (W)	Microstructure
FrW700_1	98,4%	2084 \pm 90	$\alpha+\beta$	ChW700_1	98,0%	2762 \pm 82	$\alpha+\beta$
FrW700_2	97,8%	1923 \pm 85	$\alpha+\beta$	ChW700_2	97,6%	2548 \pm 79	$\alpha+\beta$
FrW750_1	99,1%	2512 \pm 98	$\alpha+\beta$	ChW750_1	99,1%	3422 \pm 86	$\alpha+\beta$ et zones ponctuelles β
FrW750_2	99,0%	2333 \pm 96	$\alpha+\beta$	ChW750_2	99,1%	2873 \pm 83	$\alpha+\beta$

Concernant les pastilleuses en WC-Co, la densification totale n'est atteinte que pour le palier à 750°C (température de consigne). De façon similaire aux pastilleuses en graphite, une plus grande répétabilité en termes de puissance électrique dissipée et donc de microstructures est observée avec P_{fr} .

Les essais de frittage et les observations des microstructures permettent de conclure que P_{ch} provoque un échauffement plus important du corps granulaire et que P_{fr} conduit à un meilleur contrôle des microstructures. Lorsque la température du corps granulaire est en dessous de T_{β} , les microstructures sont composées d'un nuage de grains équiaxes plus ou moins interconnectés et des îlots relativement sphériques de zones de lamelles revenues (martensite revenue). Au-dessus de T_{β} , les microstructures sont lamellaires de type Widmanstätten. Aux alentours de T_{β} , des microstructures spéciales sont observées (voir Figure 130).

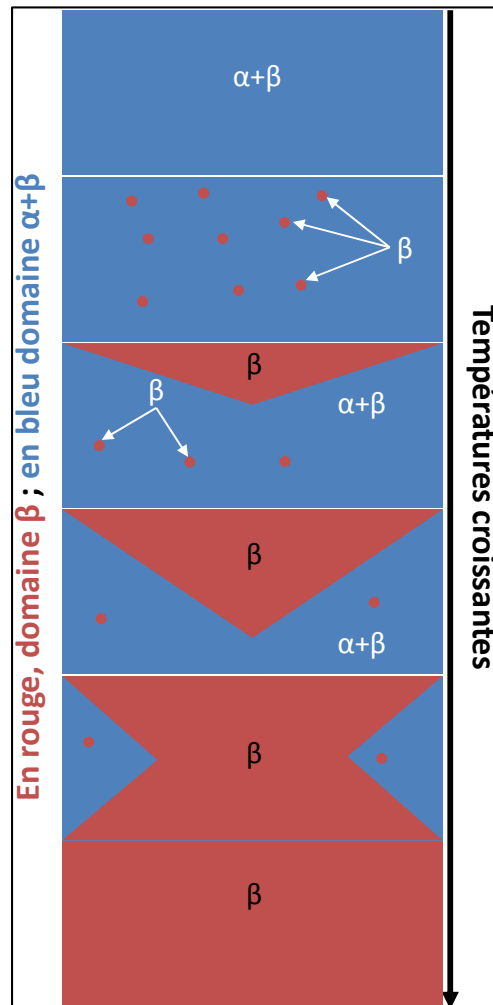


Figure 130 : Représentation schématiques des domaines de températures ($\alpha+\beta$ en bleu ou β en rouge) atteints sur les coupes des pastilles mises en forme avec la pastilleuse graphite.

Lorsque la température du corps granulaire s'approche de T_β , des îlots de zones traitées dans le domaine β sont visibles. Ces zones correspondent à des granules de la poudre initiale ayant une T_β plus faible. Ces différences de T_β existent à cause d'hétérogénéités chimiques entre chacun des granules. Ces différences sont créées lors de la fabrication de la poudre par PREP (voir chapitre 2). Ces observations indiquent que la température du corps granulaire est proche de 975°C avec P_{fr} .

Lorsque l'échauffement est accentué, une zone conique dépassant T_β se forme. L'échauffement est plus important au centre de la pastille que sur les bords. Cela s'explique par la dissipation de la chaleur sur les côtés par conduction thermique. La taille du cône augmente avec l'augmentation de la puissance électrique dissipée maximale et donc de la température. Avant que l'ensemble de la pastille dépasse T_β , une forme en sablier se forme pour des puissances électriques dissipées plus importantes. Les côtés restent plus froids pour les mêmes raisons de conduction thermique évoquées précédemment. Dans les conditions des essais menés, ces observations sont faites

uniquement avec P_{ch} . Avec P_{fr} , en se plaçant dans des conditions de température de consigne adaptés, il est probable de faire les mêmes observations.

Enfin, c'est l'ensemble de l'échantillon qui dépasse T_β . Une microstructure de Widmanstätten homogène est alors observée avec P_{ch} et P_{fr} .

2.3. Composition chimique après frittage

Lorsqu'un corps granulaire présente une surface spécifique importante, il est davantage réactif aux composants de l'atmosphère auquel il est exposé que le massif. La grande réactivité du titane avec l'oxygène ou le carbone peut engendrer une modification importante de la composition chimique de l'alliage. Afin de s'assurer qu'aucune contamination, pouvant être induite lors de la préparation des pastilleuses ou lors du frittage, n'ait lieu, les compositions chimiques de pastilles après frittage ont été caractérisées.

Les analyses ont été gracieusement menées par la société TIMET sur des pastilles frittées aux conditions de frittages suivantes : pastilleuse en graphite, température de 750°C et 950°C avec P_{ch} . La pastilleuse en graphite est choisi car il est le plus susceptible de contaminer le corps granulaire. Les températures de 750 et 950°C sont choisies pour permettre de déterminer les bornes de contamination chimique. P_{ch} est choisi car il a été démontré dans la section précédente que l'échauffement du corps granulaire est plus important qu'avec P_{fr} .

Les résultats sont présentés dans le Tableau 43. La composition chimique de la poudre initiale ainsi que les compositions maximales et minimales de la norme AIMS 03-18-007 sont également reportées pour permettre une comparaison aisée. Les incertitudes des compositions chimiques mesurées sont de ± 50 ppm (fournie par TIMET).

Tableau 43 : Composition chimique selon la norme AIMS 03-18-007, de la poudre de l'étude ainsi que des échantillons densifiés à 750°C et 950°C.

	Al (%massique)	V (%massique)	Fe (ppm)	O (ppm)	C (ppm)	N (ppm)
MIN.	5,50	3,50	0	0	0	0
MAX.	6,75	4,50	3000	2200	800	300
Poudre	6,12	4,06	1917	1554	133	29
750°C	6,21	4,13	1917	1608	294	<20
950°C	6,19	4,10	1915	1619	257	45

De légers enrichissements en oxygène (+ 50 à 60ppm) et en carbone (+ 120 à 160ppm) sont observés, probablement dus à la pression partielle d'oxygène dans l'enceinte et à la pastilleuse en graphite mais l'intégrité chimique de l'alliage est conservée.

2.4. Diffraction des rayons X

Tous les échantillons présentent des diffractogrammes des rayons X identiques. Un diffractogramme représentatif de l'ensemble des échantillons est reporté à la Figure 131.

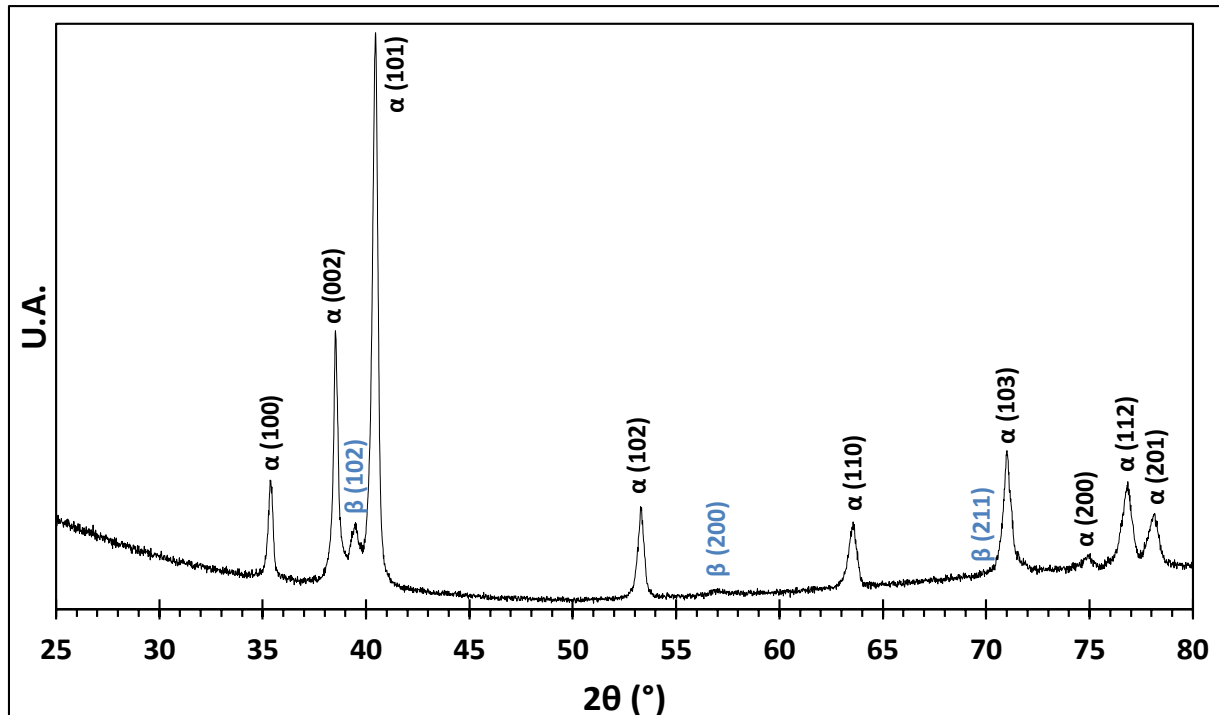


Figure 131 : Diffractogramme type pour tous les échantillons.

Aucune phase oxydée ou carburée n'est présente.

2.5. Analyse de texture cristallographique

Une texture cristallographique génère une anisotropie des propriétés mécaniques de l'alliage. Afin de la caractériser, des analyses de textures cristallographiques par EBSD ont été réalisées sur les échantillons FrC750_2, FrC800_2. Les analyses se concentrent sur une zone d'environ $300 \times 150 \mu\text{m}^2$ (voir Figure 132).

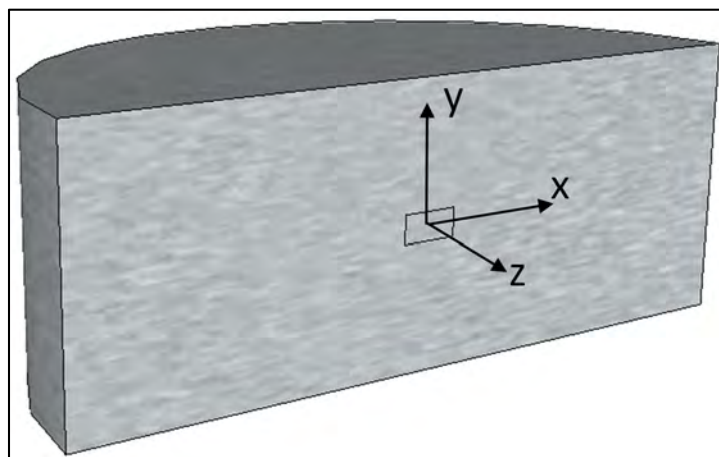


Figure 132 : Représentation schématique du repère de l'échantillon.

Les analyses n'ont pu être faites que sur la maille hexagonale (phase α) du fait de la très petite taille de la phase β et au pas choisi ne pouvant descendre trop bas afin de ne pas multiplier les temps d'analyses. Les figures de pôles obtenues à partir des cartographies d'EBSD sont présentées à la Figure 133.

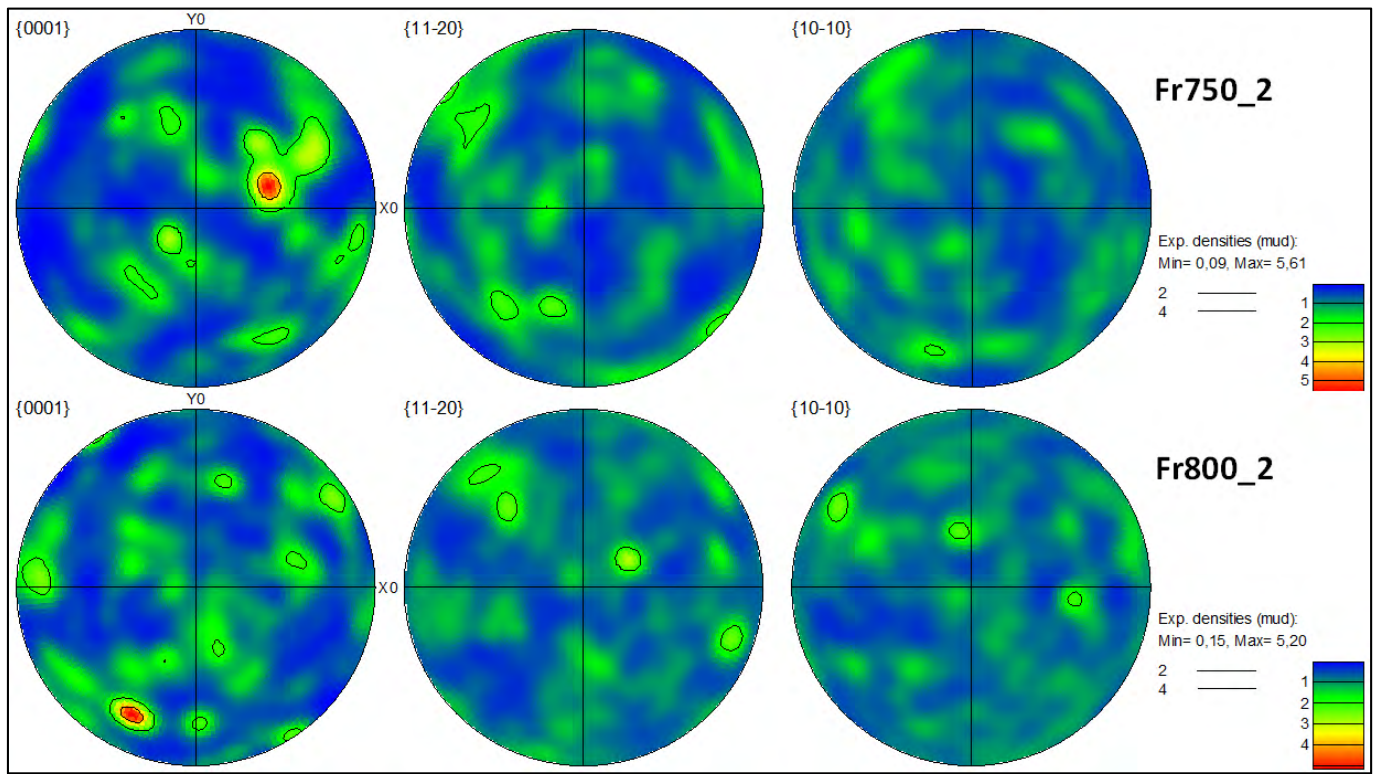


Figure 133 : Figures de pôles obtenues à partir des cartographies EBSD réalisées sur Fr750_2 et Fr800_2.

Ces résultats indiquent qu'une très faible texturation est présente dans les échantillons. En effet, les plans de la maille hexagonale ne sont pas majoritairement orientés selon des axes particuliers. Les rapports d'intensité de texture sont également limités (x5) puisqu'ils sont de l'ordre de 10 pour des échantillons laminés¹⁵.

2.6. Conclusions intermédiaires

L'obtention du panel de microstructures a permis de se rendre compte que la poudre est constituée de granules ayant des T_{β} propres à chacun. A certaines températures, la microstructure de la pièce frittée présente donc des hétérogénéités. Une fois identifiées, ces températures sont à éviter si on recherche une microstructure intégralement traitée dans le domaine β ou $\alpha+\beta$.

Au-dessus de T_{β} , une microstructure homogène de Widmanstätten est observée.

En dessous de T_{β} , des microstructures composées d'un nuage de grains équiaxes (plus ou moins connectés) avec des ilots de lamelles de martensite revenue sont observées. Cette microstructure s'explique par le fait que lors du frittage, certains granules subissent un traitement thermomécanique entraînant une déformation plastique tandis que d'autres subissent un traitement thermomécanique n'entraînant pas de déformation plastique (sauf en extrême surface).

En termes de répétabilité, la puissance électrique dissipée maximale semble être un bon élément de comparaison. De plus, un contrôle plus aisé de la température est possible avec P_{fr} . A cause des résistances électriques de contacts, la température atteinte avec P_{ch} est plus importante et plus difficilement contrôlable.

En utilisant une pastilleuse en WC-Co, la régulation de la température se fait plus délicate pour la machine. C'est un problème pouvant être lié aux PID utilisés. De plus, la proportion de courant passant par la poudre est modifiée à cause d'une plus grande conductivité du WC-Co par rapport au TA6V.

En termes d'intégrité chimique, l'alliage reste sain dans les conditions de frittage les plus critiques réalisées ici. De plus, aucune phase oxydée ou carburée n'est présente.

Les analyses de texturation indiquent que les propriétés mécaniques sont probablement isotropes.

3. Transfert d'échelle, propriétés mécaniques et répétabilité

Dans une logique d'évaluation de l'industrialisation du procédé, un transfert d'échelle est réalisé afin d'évaluer la répétabilité du procédé de frittage SPS et de caractériser les propriétés des pièces obtenues. La quantité de poudre frittée est passée de 1g jusqu'à 49g. La complexité des morphologies des pièces densifiées est également accrue en choisissant une forme de pavé arrondi dans un premier temps et une forme d'éprouvette plate de traction dans un second temps.

Les pavés arrondis seront traités en premier. Les éprouvettes près des cotes (PDC) seront traitées en second. Pour chaque type de pièces, la répétabilité du procédé sera évaluée en termes de puissances électriques dissipées maximales et de microstructures. Les propriétés en traction seront ensuite caractérisées. Une comparaison des propriétés en traction entre les deux types de pièces sera réalisée suivie d'une comparaison avec les propriétés en traction de la littérature.

3.1. Pièces de forme simple : pavés arrondis

Le transfert d'échelle s'effectue sur les pièces nommées "pavés arrondis". Le schéma descriptif de la pièce finale est rappelé à la Figure 134a et les outillages en WC-Co présentés à la Figure 134b sont utilisés.

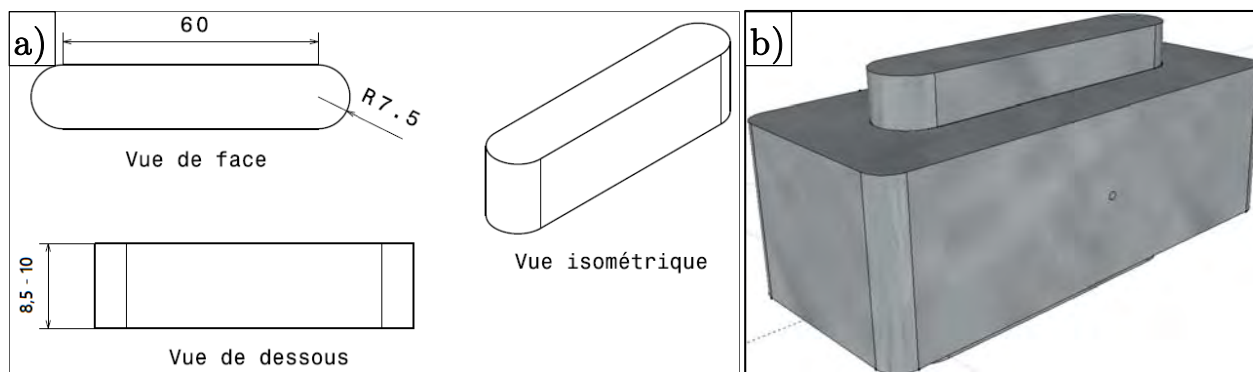


Figure 134 : a) Schéma descriptif des pavés arrondis ; b) outillages pavé arrondi utilisés.

Le WC-Co est choisi par rapport au graphite car les limites de tenue mécanique du graphite imposeraient un outillage de très grande dimension. L'épaisseur de la paroi de la matrice entraînerait alors une distribution de courant très importante¹²⁷ et de très forts gradients de température seraient présents.

3.1.1. Cycles de frittage

Un cycle particulier a été développé pour le frittage de ces pièces. En effet, les essais préliminaires, non présentés ici, révèlent que les températures atteintes par les parties les plus chaudes de l'outillage peuvent aisément dépasser 800°C, soit la température maximale admissible par l'outillage. Cela est principalement lié aux grandes dimensions de l'outillage pavé arrondi qui exacerbent les gradients de température entre la position du thermocouple de contrôle et les parties internes de l'outillage. En effet, la densité de courant devient plus importante à mesure que l'on s'approche du centre de l'outillage et la chaleur générée est alors plus importante¹²⁷.

Ainsi, le thermocouple de contrôle n'est pas placé classiquement dans un trou à 3mm de profondeur mais en contact avec le papyex entourant le corps granulaire. Cela est rendu possible grâce à trois trous traversant initialement prévus pour contrôler l'homogénéité radiale de température. De plus, une vitesse de chauffage de 50°C/min est imposée en lieu et place de la vitesse usuelle de 100°C/min. Enfin, la rampe de montée est "cassée" à 500°C passant à 25°C/min afin de minimiser le dépassement de 800°C qui a lieu au moment de l'arrivée en palier. Le cycle schématique est présenté à la Figure 135.

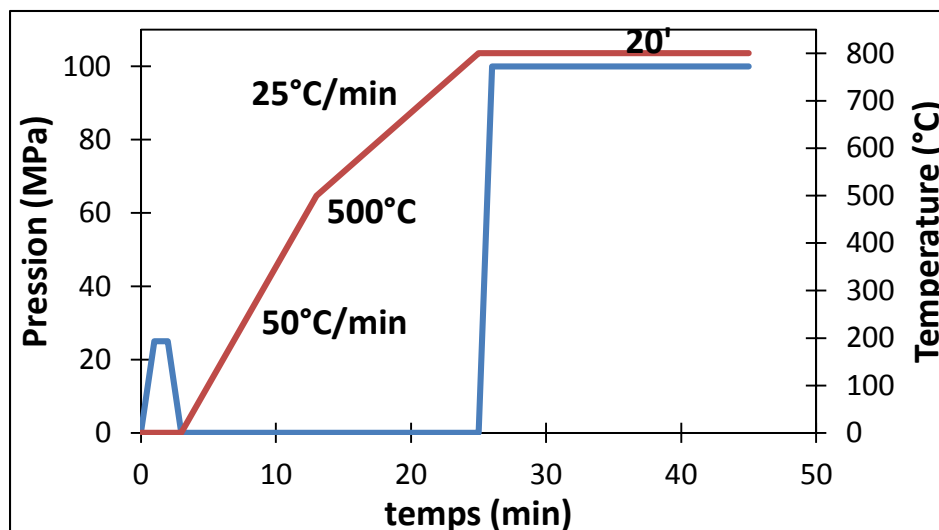


Figure 135 : Cycle schématique du frittage des pavés arrondis.

L'application de la pression se fait à chaud (dans la première minute du palier en température). Bien que les résultats précédents révèlent que le frittage SPS est plus simple à contrôler avec P_{fr} , ce choix s'explique par la volonté de se placer dans des conditions critiques afin d'éprouver la répétabilité du procédé.

Deux quantités de poudre sont frittées. Un premier type de frittage avec environ 42g de poudre et un second type avec 49g. Les hauteurs finales des pavés arrondis sont

respectivement de 8,5 et 10mm, permettant d'extraire après usinage 5 et 6 éprouvettes respectivement.

Le plan d'essai est présenté dans le Tableau 44.

Tableau 44 : Plan d'essais du transfert d'échelle.

Nom	PAV1	PAV2	PAV3	PAV4	PAV5	PAV6
Masse	≈42g	≈42g	≈49g	≈49g	≈49g	≈49g

Les cycles de frittage sont présentés à la Figure 136. PAV1 est représentatif de l'essai PAV2 tandis que PAV3 est représentatif des essais PAV4, PAV5 et PAV6.

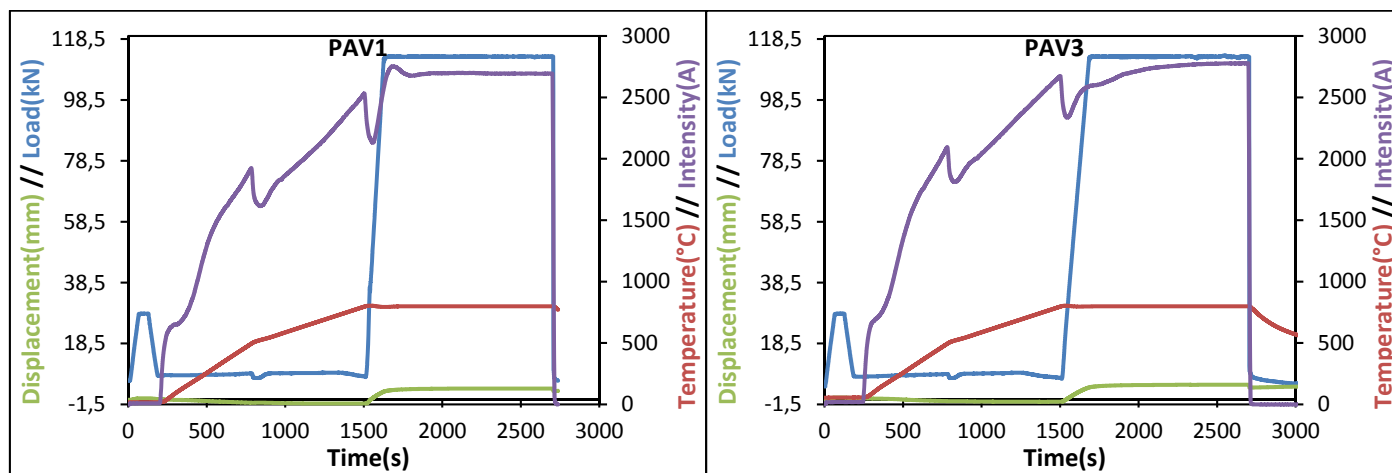


Figure 136 : Cycles de frittage des essais PAV1 (représentatif de PAV1 et PAV2, à gauche) et PAV3 (représentatif de PAV3 à PAV6, à droite).

La régulation en température est satisfaisante pour les deux types d'essais. Les intensités de courant appliquées sont également proches. Cependant, une différence de comportement de la courbe d'intensité est observée au moment de l'arrivée au palier de température. Dans le cas de PAV1, elle diminue au début du palier puis devient maximale et se stabilise. Dans cas de PAV3, elle diminue au début du palier puis augmente progressivement durant le palier. La différence s'explique par la modification de la vitesse d'application de la pression. En effet, dans le cas de PAV1, la pression est appliquée en 1min. Suite à l'observation d'ébrèchements des pistons, il a été décidé d'appliquer la pression en 3min afin de parer à tout problème d'endommagement de l'outillage. Ainsi, la modification plus progressive de la surface de contact piston/matrice entraine une meilleure régulation du courant par la machine grâce au fait que les PID deviennent plus adaptés pour réagir face aux changements de résistances électriques. Toutefois, ces différences n'entraînent pas d'hétérogénéités de microstructure (voir section 3.1.3.2).

Les puissances électriques maximales dissipées lors des essais de frittage ainsi que les densités mesurées des pavés sont reportées dans le Tableau 45.

Tableau 45 : Puissance électrique dissipée maximale et densités relatives des pavés arrondis obtenus après frittage.

Nom	PAV1	PAV2	PAV3	PAV4_	PAV5	PAV6
Puissance électrique dissipée maximale (W)	9320±260	8700±280	8520±270	9080±290	8790±280	8940±280
Densité relative (±0,5%)	99,4%	99,4%	99,2%	99,4%	99,6%	99,8%

Les densités sont très proches les unes des autres. Les écarts de puissances électriques maximales dissipées sont acceptables car ils sont proportionnellement du même ordre de grandeur que les différences observées lors du frittage des échantillons denses modèles. La répétabilité semble donc satisfaisante.

Au vu de la longueur importante des pavés arrondis, il paraît important de contrôler l'homogénéité de la température sur la longueur du pavé lors du frittage. C'est l'objet de la section suivante.

3.1.2. Homogénéité de température

L'homogénéité de la température dans la longueur du pavé arrondi est vérifiée grâce à trois thermocouples placés dans les trous traversant de l'outillage pavé arrondi et en contact avec le papyex. Le thermocouple placé au centre est le thermocouple de contrôle. Les deux autres, situés à égale distance du centre, sont reliés à une instrumentation spécialement développée dans le cadre de la thèse d'Anthony Pavia¹⁵⁴ par la PNF2.

Les mesures de températures ont été réalisées sur PAV1 et PAV2. Les résultats des températures mesurées sont présentés à la Figure 137.

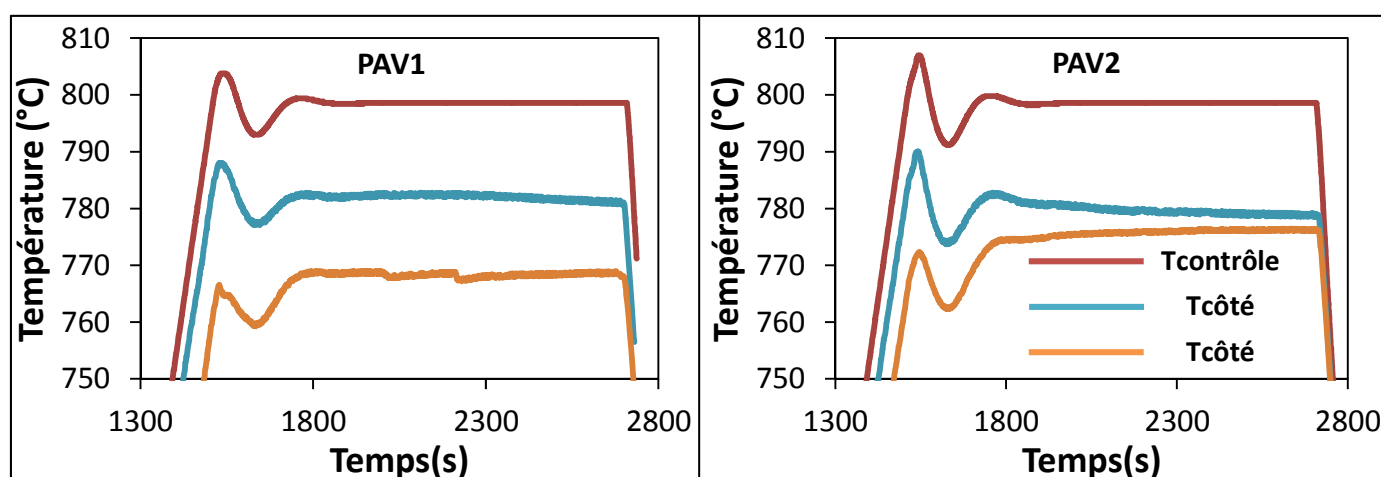


Figure 137 : Températures mesurées au centre du pavé et sur les côtés.

Des différences de températures sont observées. En plus de ces mesures, les températures aux limites des futures éprouvettes de traction usinées sont estimées en admettant que

l'évolution de la température est linéaire entre le thermocouple du centre et ceux des cotés (voir graphes de la Figure 138).

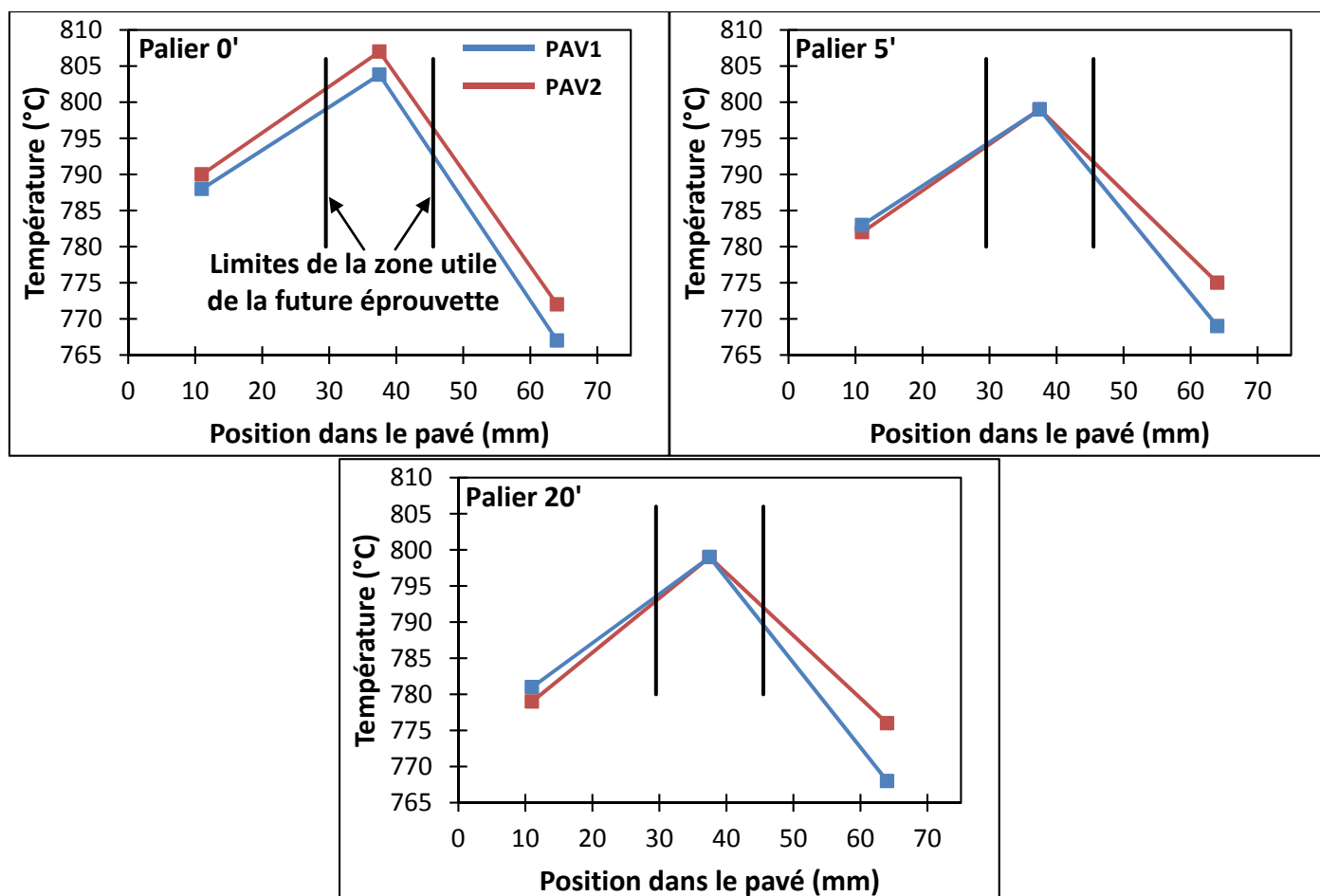


Figure 138 : Températures mesurées au centre du pavé et sur les côtés à différents temps de palier pour PAV1 et PAV2.

Les températures aux limites de la zone utile sont reportées dans le Tableau 46.

Tableau 46 : Températures estimées aux limites des zones utiles des futures éprouvettes pour différents temps de palier pour PAV1 et PAV2.

Essai	Distance	Tpalier 0'	Tpalier 5'	Tpalier 20'
PAV1	Limite 1	799±1°C	794±1°C	794±1°C
	Max.	804±1°C	799±1°C	799±1°C
	Limite 2	793±1°C	790±1°C	790±1°C
PAV2	Limite 1	802±1°C	794±1°C	793±1°C
	Max.	807±1°C	799±1°C	799±1°C
	Limite 2	797±1°C	792±1°C	792±1°C

Les différences de températures aux limites des zones utiles sont très faibles (6°C au maximum). Une bonne répétabilité de répartition de température est donc observée. Concernant les échantillons PAV3 à PAV6, ces différences de température devraient être plus faibles car les courbes d'intensité ne présentent pas de pic lors de l'arrivée en palier. De plus, le dépassement de la température de consigne est au maximum de 4°C avec PAV3 à PAV6 alors qu'il va jusqu'à 8°C pour PAV1 et PAV2.

3.1.3. Microstructures

3.1.3.1. Microstructures dans la longueur et dans l'épaisseur du pavé

Afin de contrôler la microstructure sur l'ensemble de la pièce, un pavé arrondi spécialement dédié est densifié dans les conditions de PAV1. La densité après frittage est de $99,3 \pm 0,5\%$. Le pavé arrondi est ensuite découpé selon le schéma de la Figure 139. Les caractérisations microstructurales peuvent donc se faire dans la longueur et dans toute l'épaisseur de la pièce.

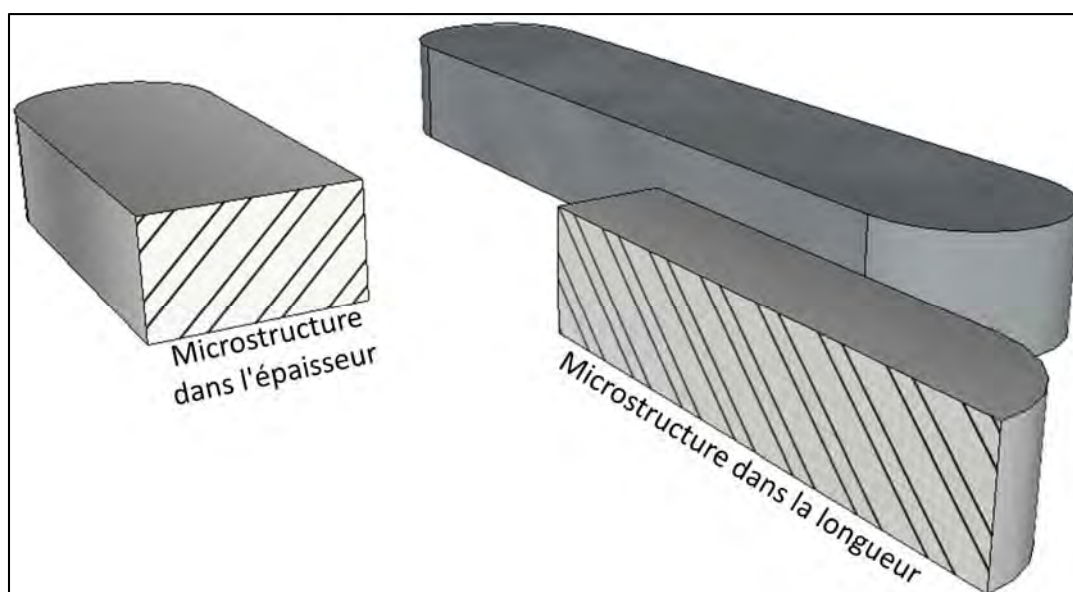


Figure 139 : Représentation schématique de la découpe du pavé arrondi. La microstructure peut ainsi être caractérisée dans l'épaisseur et radialement.

Les microstructures et leur positionnement (point noir dans l'encadré en haut à gauche) sont présentés à la Figure 140 pour la longueur et à la Figure 141 pour l'épaisseur.

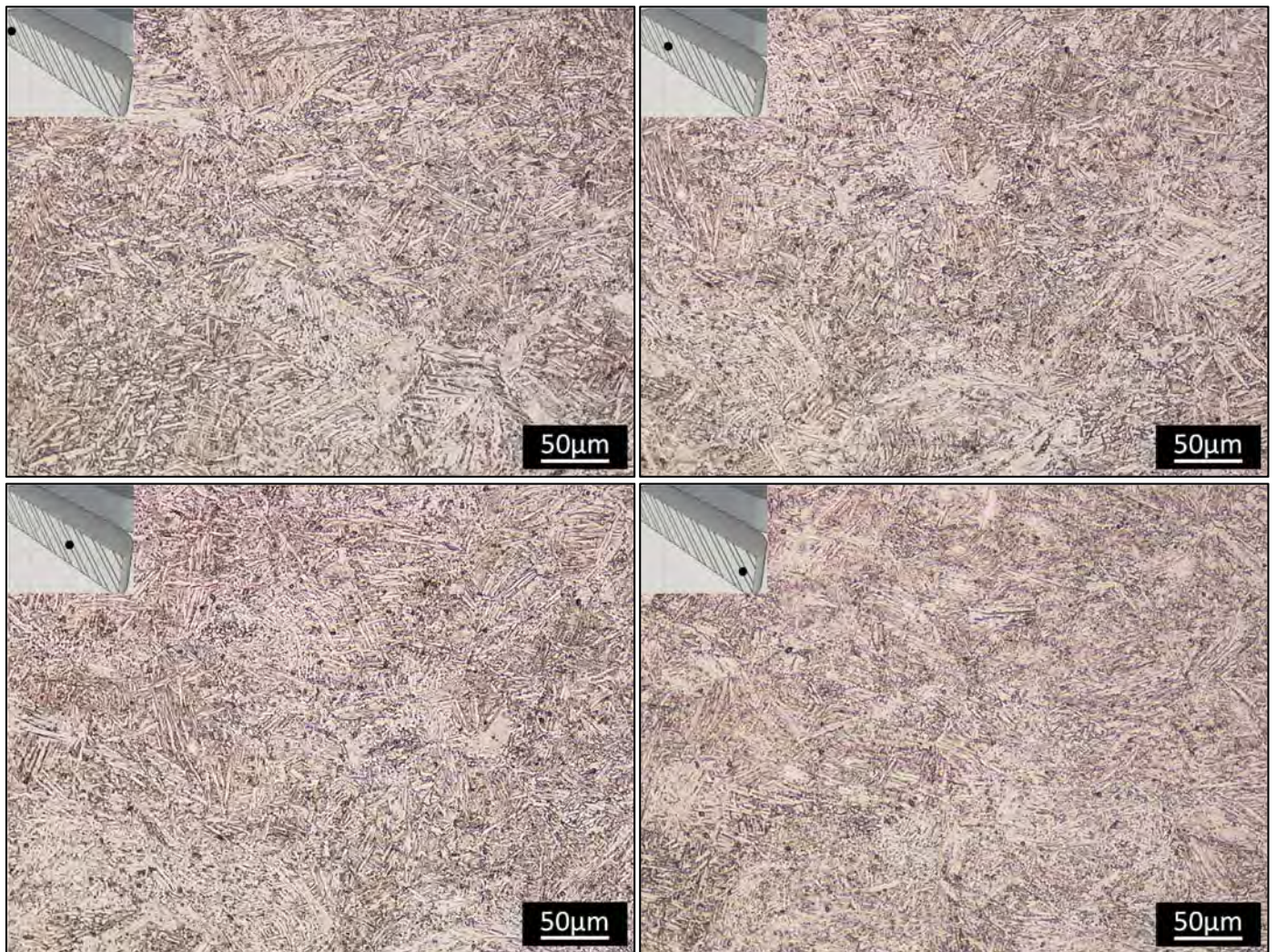


Figure 140 : Microstructures et positionnements dans la largeur du pavé observées en microscopie optique.

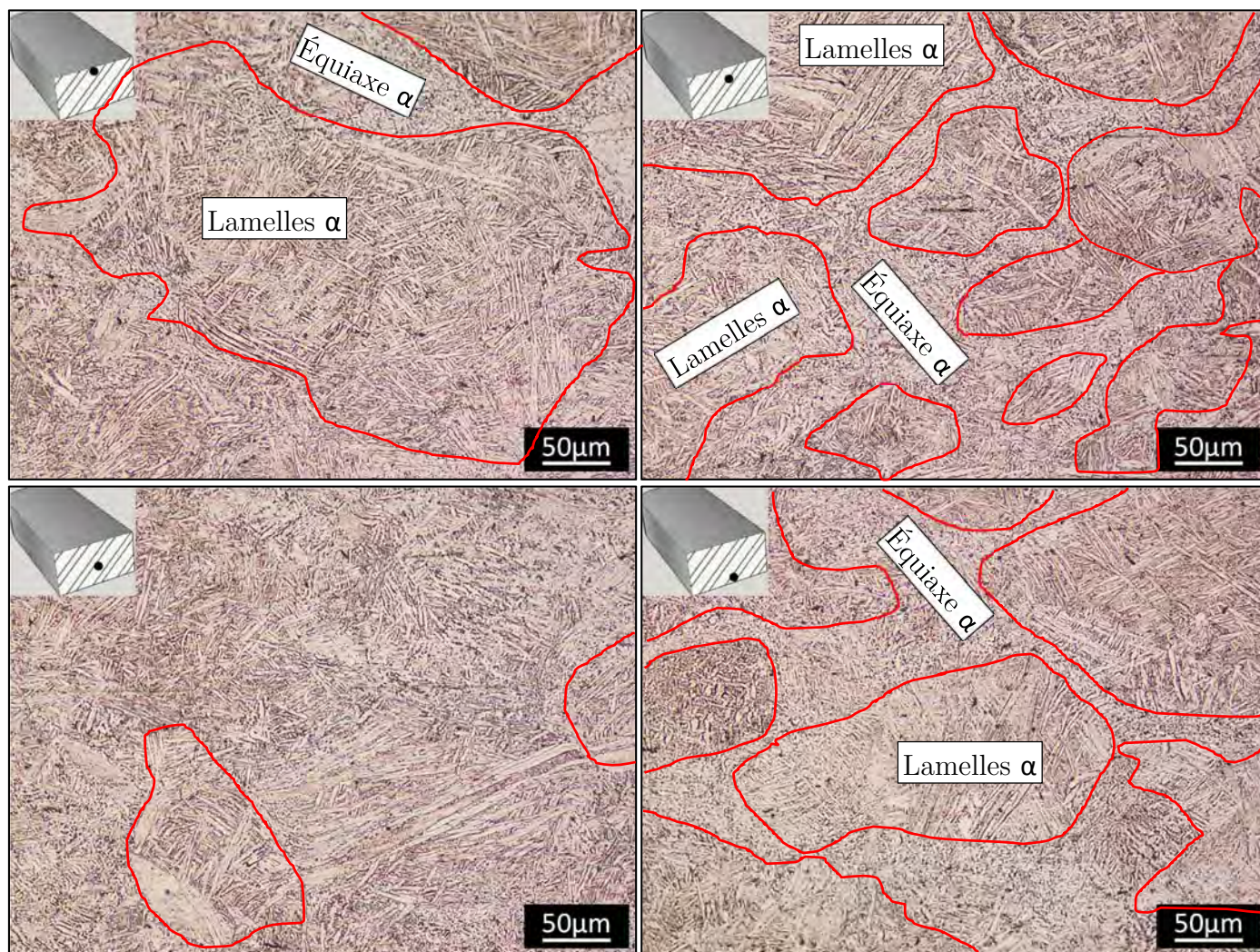


Figure 141 : Microstructures et positionnements dans l'épaisseur du pavé observées en microscopie optique.

Les microstructures sont composées, de façon analogue aux microstructures décrites pour les échantillons denses modèles, d'un nuage de grains équiaxes plus ou moins interconnectés et d'îlots relativement sphériques de zones de lamelles revenues (martensite revenue). Une excellente homogénéité de microstructure est observée dans les deux coupes.

La quantification de la proportion et de la taille des éléments structuraux est donnée dans le Tableau 47.

Tableau 47 : Quantification des éléments microstructuraux dans les pavés arrondis.

% grains équiaxes	Diamètre des grains équiaxe	Largeur des lamelles (population 1)	Largeur des lamelles (population 2)
13±5%	2,7±0,3μm	1,1±0,3μm	2,4±0,4μm

Malgré l'absence de porosités sur les observations microstructurales précédentes, certains pores ont été observés. Ils se situent au niveau des points triples (voir Figure 142) des granules et leur forme suit le contour de ces points triples.

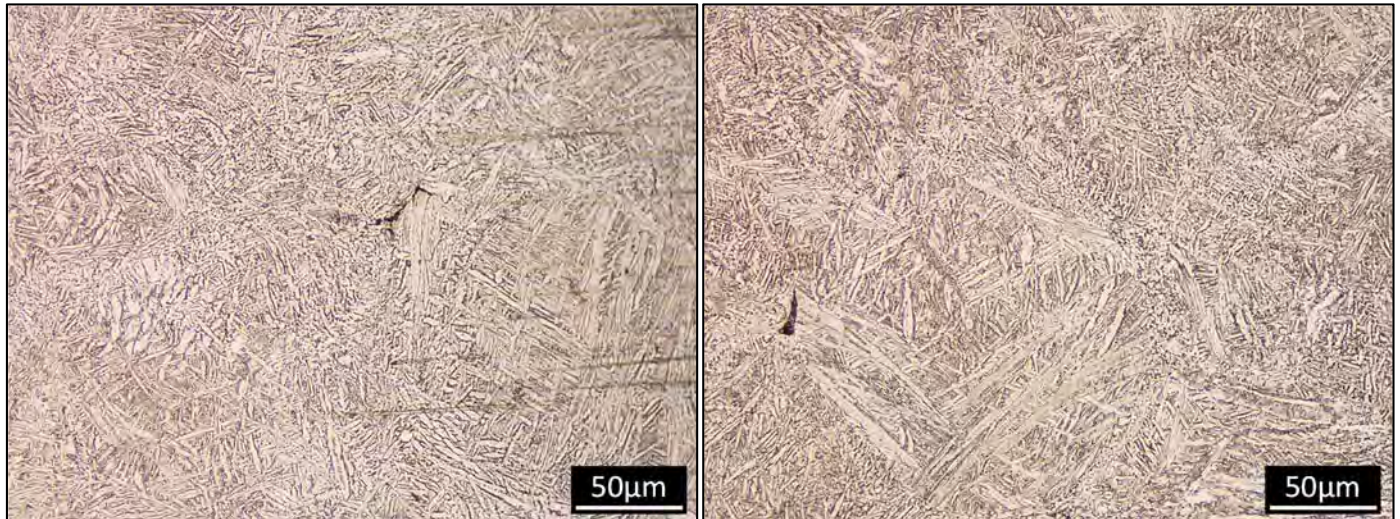


Figure 142 : Observation en microscopie optique de porosités après frittage.

3.1.3.2. Microstructure de surface des échantillons selon la vitesse d'application de la pression

En fonction de la vitesse d'application de la pression, les cycles de frittages de la Figure 136 présentent des différences de comportement de la courbe d'intensité du courant. Cependant, l'observation des microstructures présentées à la Figure 143 ne révèle aucune hétérogénéité. Les variations d'intensité qui ont lieu ici lors du frittage ne sont donc pas préjudiciables à la répétabilité des microstructures.

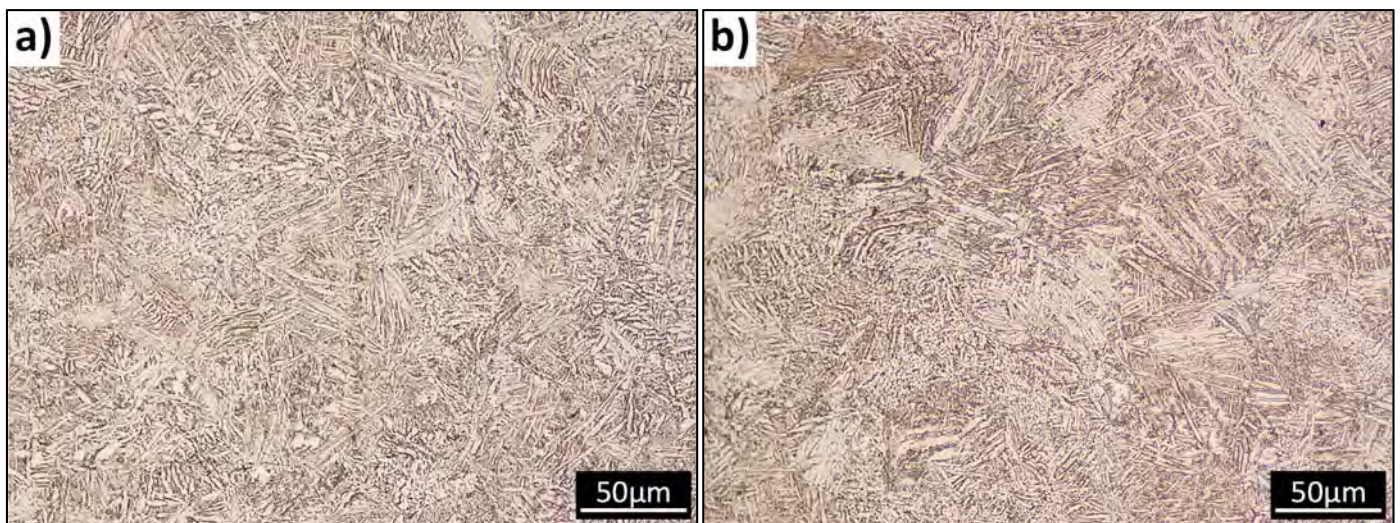


Figure 143 : Microstructure observées en microscopie optique de la surface de PAV1 (a) et PAV3 (a).

3.1.4. Conclusions intermédiaires

Les essais de frittage avec un outillage de plus grande dimension que les pastilleuses dans des conditions défavorables (P_{ch}) permettant de fritter environ 50g de poudre de façon répétable. En effet, les puissances électriques dissipées maximales sur six essais sont proches. De plus, les températures mesurées le long des pavés pendant le frittage sont similaires. Les microstructures ainsi observées sont homogènes dans l'épaisseur mais aussi dans la longueur des pavés mis en forme.

3.1.5. Contraintes résiduelles

Les contraintes résiduelles peuvent avoir un effet sur le comportement mécanique du matériau, surtout lorsque les sollicitations provoquent des ruptures de la pièce préférentiellement dans certains endroits critiques qui présentent une singularité d'états de contrainte. Par exemple, les essais de fatigue provoquent la formation de fissures en surface. Créer préalablement à la mise en service des contraintes résiduelles de compression en surface serait donc bénéfique (par grenaillage par exemple) pour améliorer la tenue en fatigue de la pièce.

Afin d'avoir une première idée des valeurs de contraintes résiduelles dans les pièces après frittage, des mesures sur des pavés arrondis obtenus dans les conditions de PAV1 ont été réalisées par rayonnement synchrotron (photons X). Deux pavés ont été analysés (noté Syn_1 et Syn_2). Afin de minimiser au mieux l'écrouissage de la surface par polissage, un dispositif créé par Damien Texier constitué d'une amincisseuse Logitech CL50 couplé à un Jig PP5GT a été utilisé. Un enlèvement de matière très progressif est ainsi réalisé. De plus, les pavés sont ensuite terminés par polissage vibratoire avec un poids de 600g afin de retirer les éventuelles couches écrouies. Cette préparation permet par exemple de réaliser des analyses de texture cristallographique.

Le référentiel des échantillons est présenté sur la Figure 144.

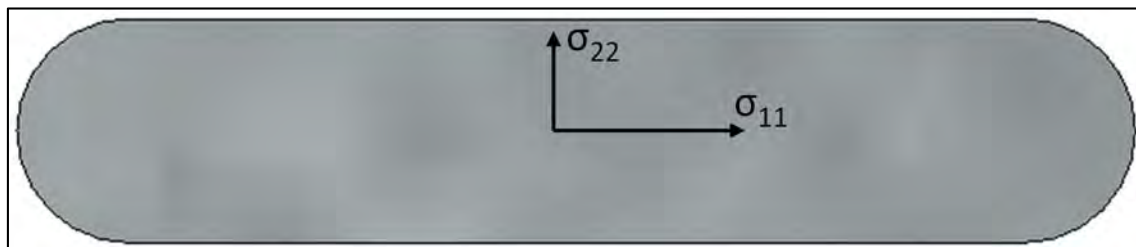


Figure 144 : Référentiel des pavés analysés par rayonnement synchrotron.

Les résultats préliminaires sont présentés à la Figure 145.

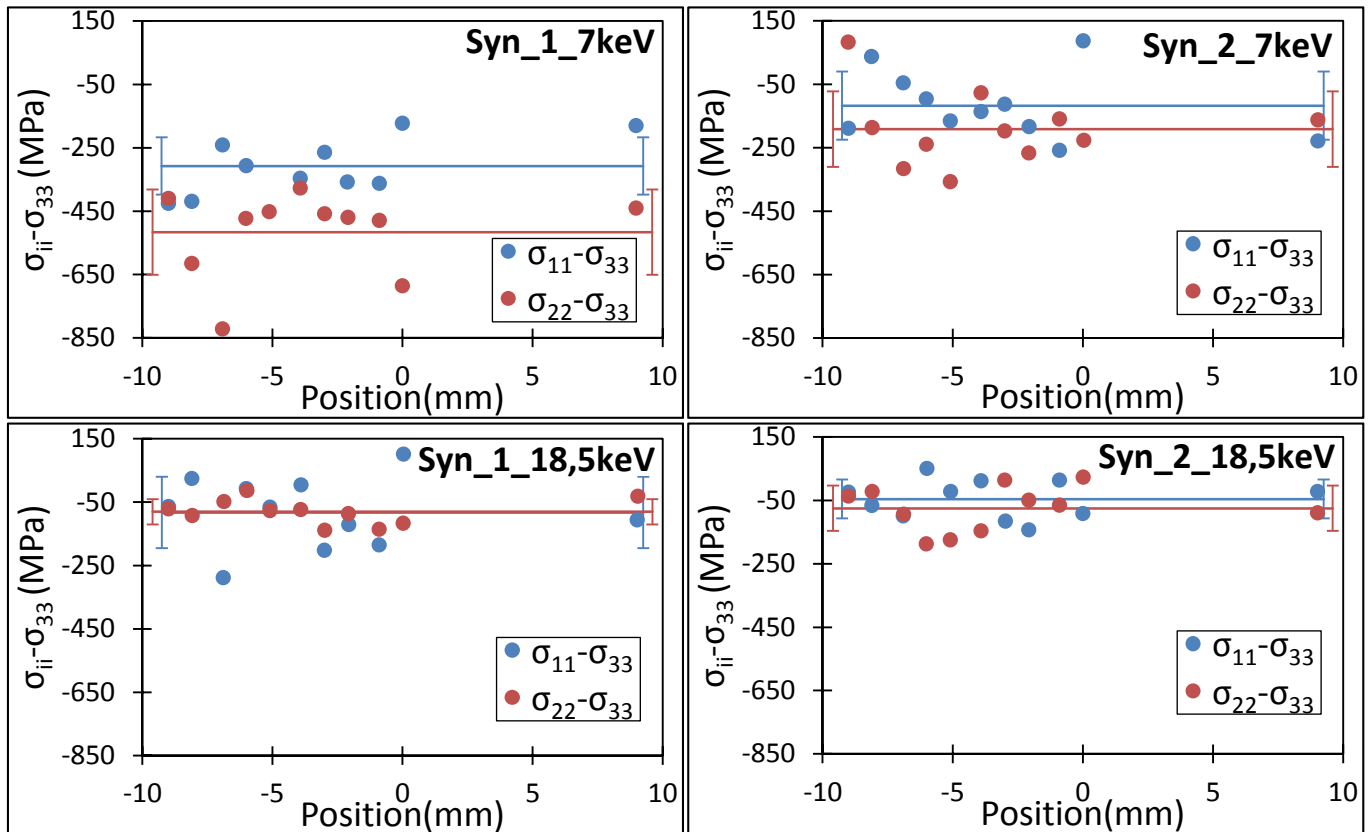


Figure 145 : Résultats des mesures de contraintes résiduelles pour des énergies de faisceau de 7keV et 18,5keV.

Les contraintes résiduelles sont en compression et similaires selon la direction σ_{11} ou σ_{22} . En extrême surface (7keV), les valeurs sont très dispersées car cette zone est davantage soumise aux changements de température lors du refroidissement après frittage. De plus, les effets des résistances électriques de contacts sur la température des faces supérieures et inférieures de l'échantillon lors du frittage, mis en évidence avec le frittage des échantillons denses modèles, peuvent également induire des contraintes inégales. Dans Syn_1, la dispersion des valeurs est de l'ordre de 300MPa tandis que dans Syn_2, elle est de l'ordre de 150MPa. Plus en profondeur (18,5keV), la dispersion est très faible, de l'ordre de 50MPa pour les deux échantillons. L'évolution des contraintes résiduelles suivant la profondeur de l'échantillon telle qu'observée ici (importante en surface et plus faible en profondeur) est classiquement observée^{155,156}.

Ces résultats indiquent que de faibles contraintes résiduelles sont induites dans la pièce lors du frittage. Elles sont de l'ordre de grandeur de celles des pièces usinées et polies¹⁵⁵.

Ces résultats ne sont qu'indicatifs. Une étude plus poussée nécessite d'être menée afin notamment d'avoir plus de certitudes sur l'étendue des valeurs enregistrées. Cependant, ces résultats sont encourageants car ils permettent d'espérer une tenue en fatigue comparable à celle obtenue sur les pièces mises en forme par voie forgée.

3.1.6. Propriétés mécaniques en traction à partir d'éprouvettes usinées dans les pavés

A partir des pavés frittés, des éprouvettes de traction sont usinées par électroérosion par la société PMP. Leurs dimensions correspondent au schéma de la Figure 146 du chapitre 2. L'épaisseur des éprouvettes est de 1mm.

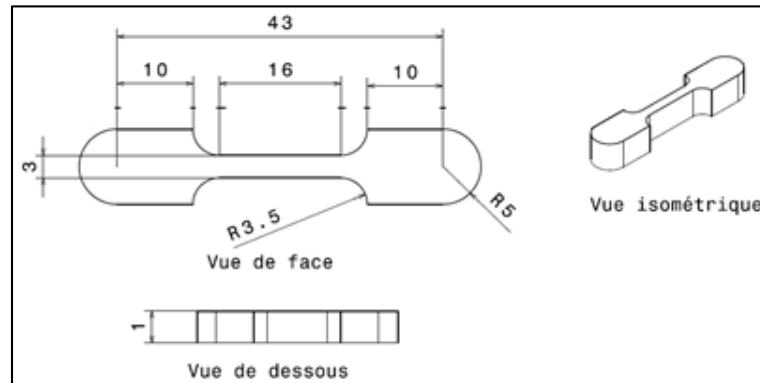


Figure 146 : Schéma descriptif des éprouvettes usinées dans les pavés arrondis

Après usinage, certaines éprouvettes ont également subi un traitement thermique de détente à 730°C sous vide ($<10\text{Pa}$) pendant 2h afin de retirer complètement d'éventuelles contraintes résiduelles⁴⁶.

Les essais de traction sont ensuite réalisés. Les résultats sont présentés dans les sections suivantes.

Les mesures de contraintes résiduelles ont révélé que des contraintes différentes existent dans l'épaisseur du pavé. Afin de déceler d'éventuelles différences de comportement selon la position de prélèvement, les éprouvettes seront nommées "bord" si elles sont proches d'une surface du pavé avant usinage et "milieu" pour les autres. La lettre "b" ou "m" sera respectivement annotée au nom de l'éprouvette.

Dans la suite du document, les modules d'Young sont calculés à partir de la pente de la courbe de chargement qui fait suite à une précharge permettant d'aligner la colonne. La mesure de déplacement étant effectuée par extensométrie, les valeurs de module d'Young sont proches des valeurs réelles¹⁴² mais elles ne sont considérées ici que comme indicatives car la mesure devrait se faire sur une courbe de déchargement.

3.1.6.1. Éprouvettes sans traitement de détente

Un polissage fin des éprouvettes usinées est réalisé au papier SiC jusqu'au grade P1200 afin de retirer les traces d'usinage. Les densités des éprouvettes sont alors mesurées une nouvelle fois. Les valeurs sont reportées dans le Tableau 48.

Tableau 48 : Densités des éprouvettes mesurées après usinage et densité des pavés arrondi initiaux.

Nom	PAV1_1m	PAV1_2b	PAV2_1b	PAV2_2m	PAV3_1b	PAV3_2m
Densité relative ($\pm 0,5\%$)	99,1%	99,3%	99,4%	99,1%	99,5%	99,5%
Nom	PAV4_1b	PAV4_2m	PAV5_1m	PAV5_2m	PAV6_1b	PAV6_2m
Densité relative ($\pm 0,5\%$)	99,5%	99,3%	99,4%	99,3%	99,8%	99,5%
Nom	PAV1	PAV2	PAV3	PAV4	PAV5	PAV6
Densité relative ($\pm 0,5\%$)	99,4%	99,4%	99,2%	99,4%	99,6%	99,8%

Les valeurs sont en bonne adéquation avec les densités initialement mesurées sur les pavés arrondis respectifs.

Les courbes de traction de l'ensemble des essais sont reportées dans le graphe de la Figure 147. Les valeurs des propriétés en traction sont reprises dans le Tableau 49 (l'incertitude sur la moyenne est calculée avec le coefficient de Student, plus de détails dans la section 3.11 du Chapitre 2).

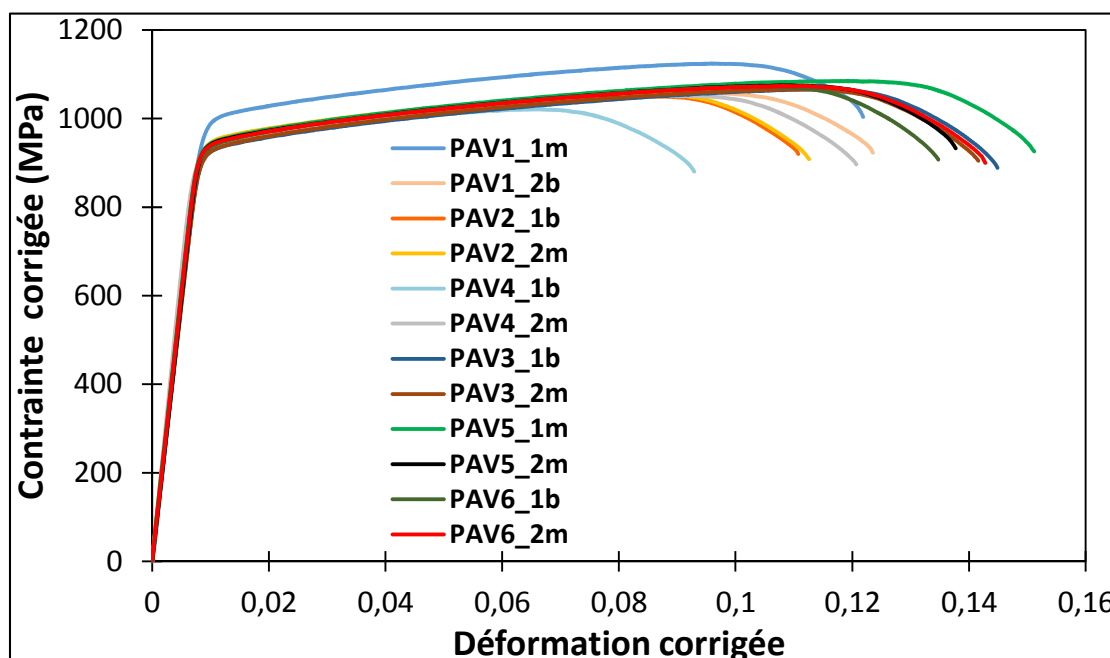


Figure 147 : Courbes de traction obtenues sur les éprouvettes usinées dans les pavés arrondis et sans traitement thermique de détente.

Mis à part l'éprouvette PAV1_1m, les limites d'élasticité et les résistances à la traction sont très proches pour tous les essais. En termes d'allongement à rupture, une valeur faible est à noter pour PAV4_1b (environ à 9%).

Tableau 49 : Valeurs moyennes et incertitudes des propriétés en traction des éprouvettes usinées dans les pavés arrondis et sans traitement thermique de détente.

Nom	Densité relative ($\pm 0,5\%$)	Module d'Young (GPa)	Limite d'élasticité à 0,2% (MPa)	Résistance maximale (MPa)	Allongement à la rupture
PAV1_1m	99,1%	120	992	1124	12,2%
PAV1_2b	99,3%	119	943	1058	12,4%
PAV2_1b	99,4%	121	936	1050	11,1%
PAV2_2m	99,1%	115	950	1056	11,3%
PAV3_1b	99,5%	116	929	1066	14,5%
PAV3_2m	99,5%	114	928	1066	14,2%
PAV4_1b	99,5%	124	928	1021	9,3%
PAV4_2m	99,3%	124	930	1052	12,1%
PAV5_1m	99,4%	122	942	1085	15,1%
PAV5_2m	99,3%	119	944	1075	13,8%
PAV6_1b	99,8%	121	935	1072	13,5%
PAV6_2m	99,5%	120	936	1074	14,3%
Moyenne		120 \pm 3	941 \pm 12	1067 \pm 16	12,8 \pm 1,1%

Les limites d'élasticité sont comprises entre 928 et 992MPa avec une moyenne de 941 \pm 12MPa. Les résistances maximales sont comprises entre 1021 à 1085MPa avec une moyenne de 1067 \pm 16MPa. Les allongements à rupture sont compris entre 9,3 et 15,1% avec une moyenne de 12,8 \pm 1,1%. Aucune corrélation ne peut être faite entre les propriétés mécaniques enregistrées et les densités relatives mesurées ou la position de prélèvement des éprouvettes dans le pavé arrondi initial. Les propriétés en traction sont homogènes.

3.1.6.2. Eprouvettes avec traitement de détente

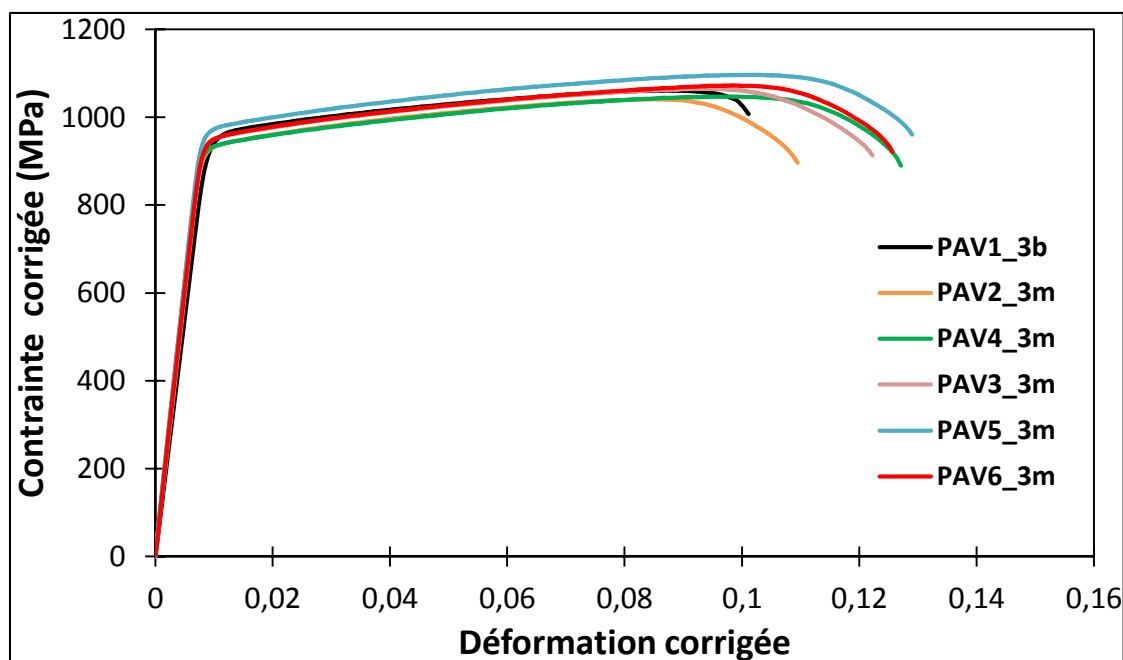
Après l'usinage, les éprouvettes sont nettoyées puis le traitement thermique est appliqué. Suite à ce traitement de détente, un polissage fin d'environ 25 μ m des faces des éprouvettes est réalisé afin de retirer d'éventuelles couches polluées chimiquement. Les densités des éprouvettes sont ensuite mesurées. Les valeurs sont reportées dans le Tableau 50.

Tableau 50 : Densités des éprouvettes mesurées après usinage et après traitement thermique de détente.

Nom	PAV1_3b	PAV2_3m	PAV3_3m	PAV4_3m	PAV5_3m	PAV6_3m
Densité relative ($\pm 0,5\%$)	99,3%	99,1%	99,6%	99,4%	99,3%	99,5%

Les valeurs de densités relatives sont en bonne adéquation avec les valeurs initialement mesurées sur les pavés arrondis respectifs.

Les courbes de traction de l'ensemble des essais sont reportées dans le graphe de la Figure 148. Les valeurs des propriétés en traction sont reprises dans le Tableau 51.


Figure 148 : Courbes de traction obtenues sur les éprouvettes usinées dans les pavés arrondis et après traitement thermique de détente.
Tableau 51 : Valeurs moyennes et incertitudes des propriétés en traction des éprouvettes usinées dans les pavés arrondis et après traitement thermique de détente.

Nom	Densité relative ($\pm 0,5\%$)	Module d'Young (GPa)	Limite d'élasticité à 0,2% (MPa)	Résistance maximale (MPa)	Allongement à la rupture
PAV1_3b	99,3%	109	953	1061	10,1%
PAV2_3m	99,1%	119	934	1041	11,0%
PAV3_3m	99,6%	119	930	1047	12,7%
PAV4_3m	99,4%	122	949	1065	12,2%
PAV5_3m	99,3%	125	972	1097	12,9%
PAV6_3m	99,5%	120	949	1073	12,6%
Moyenne		119 \pm 6	948 \pm 16	1064 \pm 20	11,9 \pm 1,2%

Les limites d'élasticité sont comprises entre 930 et 972MPa avec une moyenne de 948 \pm 16MPa. Les résistances maximales sont comprises entre 1041 à 1097MPa avec une moyenne de 1064 \pm 20MPa. Les allongements à rupture sont compris entre 10,1 et 12,9%

avec une moyenne de $11,9 \pm 1,1\%$. Aucune corrélation ne peut être faite avec les densités relatives mesurées ou avec la position des éprouvettes dans le pavé arrondi initial.

3.1.6.3. Discussion

Les courbes de traction de l'ensemble des éprouvettes sont reportées sur le graphe de la Figure 149. En vert, les éprouvettes n'ayant pas subi de traitement thermique, en rouge, les éprouvettes ayant subi un traitement thermique.

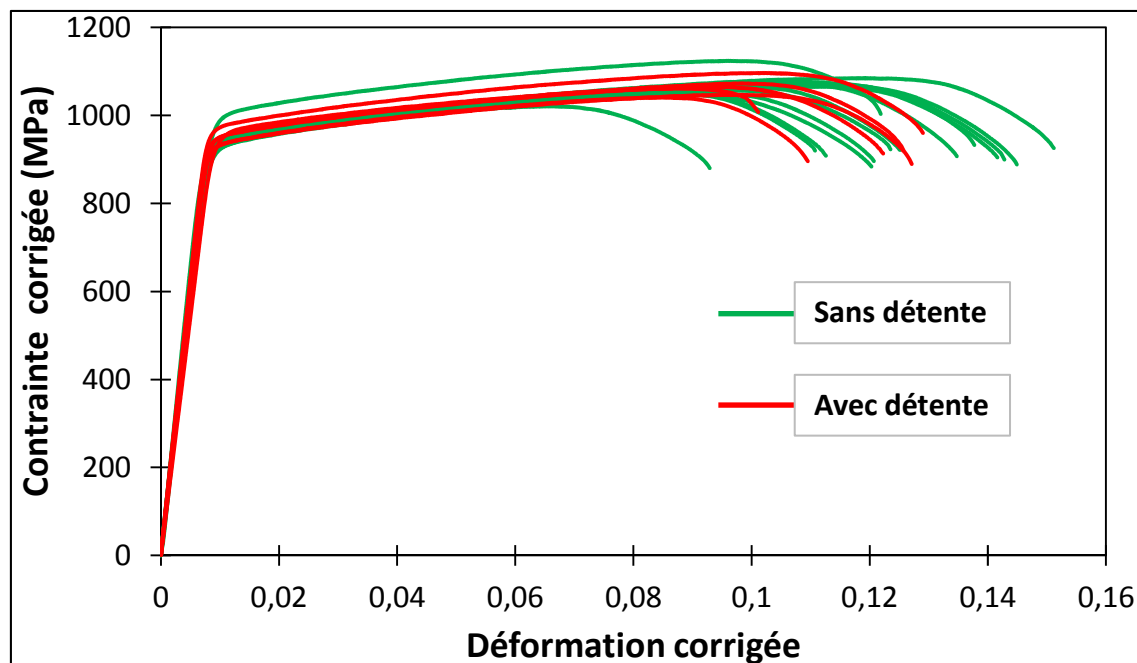


Figure 149 : Courbes de traction obtenues à partir des éprouvettes usinées dans les pavés. En vert, les éprouvettes n'ayant pas subi de traitement thermique de détente ; en rouge, les éprouvettes ayant subi un traitement thermique de détente.

L'observation des courbes indiquent que le traitement thermique de détente n'a pas d'effet significatif sur les propriétés mécaniques en traction. Aucun adoucissement notable n'est observé ni aucun gain en allongement à rupture. A priori, le taux de contraintes résiduelles dans les éprouvettes après frittage SPS est donc négligeable.

Il est possible également de se demander si le traitement thermique de détente dans l'enceinte SPS est susceptible de polluer, notamment avec du carbone, les compositions chimiques des éprouvettes. Or, lors du frittage des échantillons denses modèles, il a été démontré que la contamination en carbone est extrêmement faible. De plus, dans le cas du traitement thermique réalisé ici, il n'y a aucun contact avec les parois. Si contamination il y a, alors le polissage fin retire les couches polluées.

Les valeurs moyennes des propriétés mécaniques sont reportées dans le Tableau 52.

Tableau 52 : Valeurs moyennes des propriétés mécaniques en traction des éprouvettes usinées dans les pavés arrondis.

Type d'éprouvette	Module d'Young (GPa)	Limite d'élasticité à 0,2% (MPa)	Résistance maximale (MPa)	Allongement à la rupture
Sans détente	120±3	941±12	1067±16	12,8±1,1%
Avec détente	119±6	948±16	1064±20	11,9±1,2%

3.1.7. Faciès de rupture

Les faciès de rupture des éprouvettes PAV4_1b et PAV6_3m sont présentés respectivement à la Figure 150 et à la Figure 151. PAV4_1b est l'éprouvette avec l'allongement à rupture le plus faible (9,3%) tandis que PAV6_3m est représentatif du reste des éprouvettes.

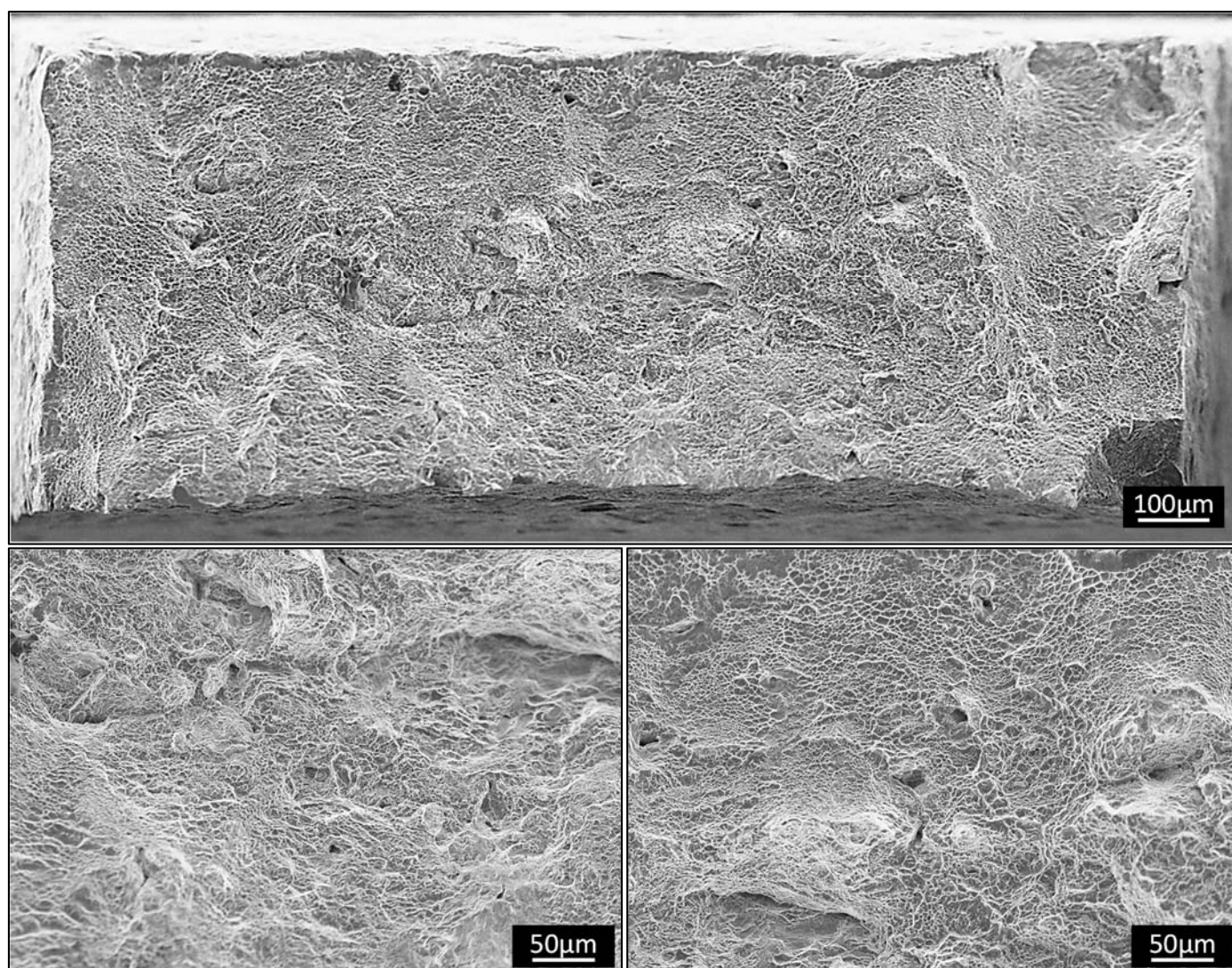


Figure 150 : Faciès de rupture observé en microscopie électronique à balayage de l'éprouvette PAV4_1b.

Les observations sont classiques d'une rupture ductile avec de nombreuses cupules. Aucune anomalie significative n'est décelée pouvant expliquer la faible valeur de l'allongement à rupture.

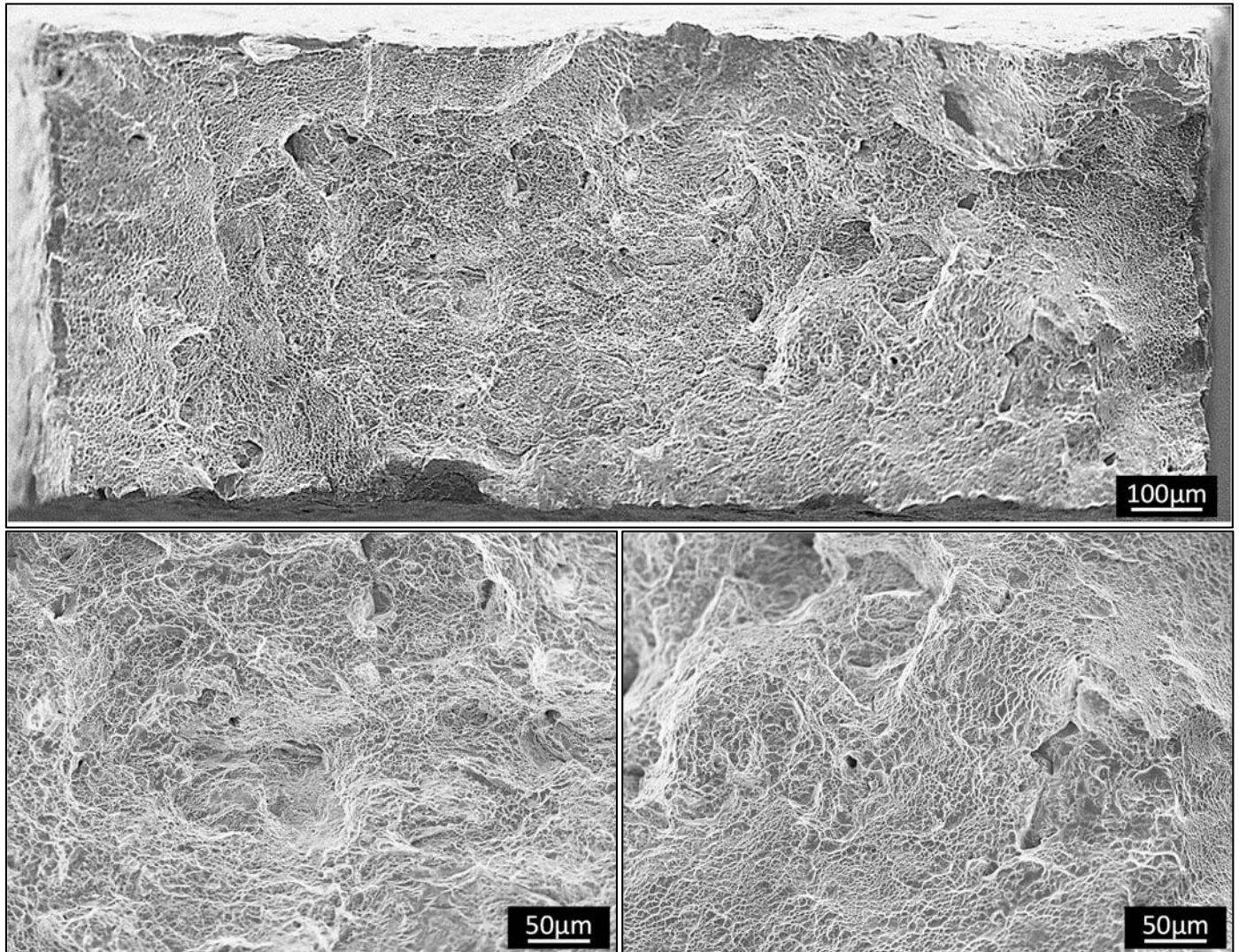


Figure 151 : Faciès de rupture observé en microscopie électronique à balayage de l'éprouvette PAV6_3m représentative de l'ensemble des éprouvettes.

L'éprouvette présente un faciès de rupture classique d'une rupture ductile avec de nombreuses cupules. Finalement, les deux faciès présentés sont très similaires.

Les faciès de rupture sont classiques d'une rupture ductile du TA6V¹⁵⁷.

3.2. Pièces de forme plus complexe et près des cotes (PDC)

Un des avantages du frittage est la possibilité d'obtenir des pièces près des cotes permettant dès lors des économies de matière ainsi que des gains de temps en supprimant des étapes d'usinage qui peuvent être critiques. Toutefois, il convient d'évaluer la répétabilité du frittage SPS sur plusieurs essais en termes d'homogénéités de microstructures. Il convient également de caractériser les propriétés mécaniques des pièces obtenues.

Les éprouvettes PDC sont obtenues grâce à un outillage spécifiquement développé par la PNF2 (voir Figure 152a). Un schéma descriptif des pièces obtenues est présenté à la Figure 152b.

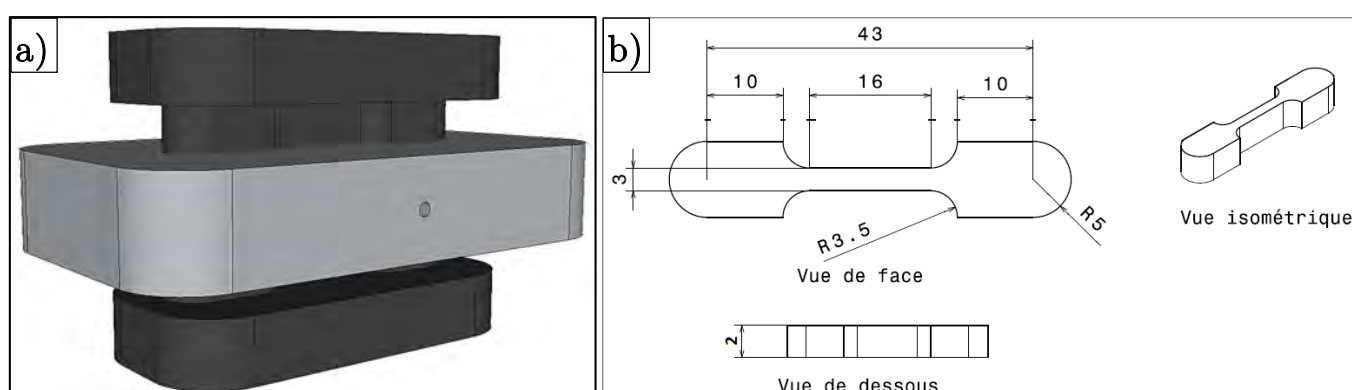


Figure 152 : a) Schéma de l'outillage PDC ; b) Schéma descriptif des éprouvette PDC obtenues.

3.2.1. Essais préliminaires

Lors des essais préliminaires de frittage des éprouvettes PDC, l'observation des microstructures en coupe dans la zone utile révèle une hétérogénéité de microstructure entre la surface et le cœur des éprouvettes, qui suggère une pollution chimique des surfaces des éprouvettes, entraînant la stabilisation de la phase α (voir Figure 153).

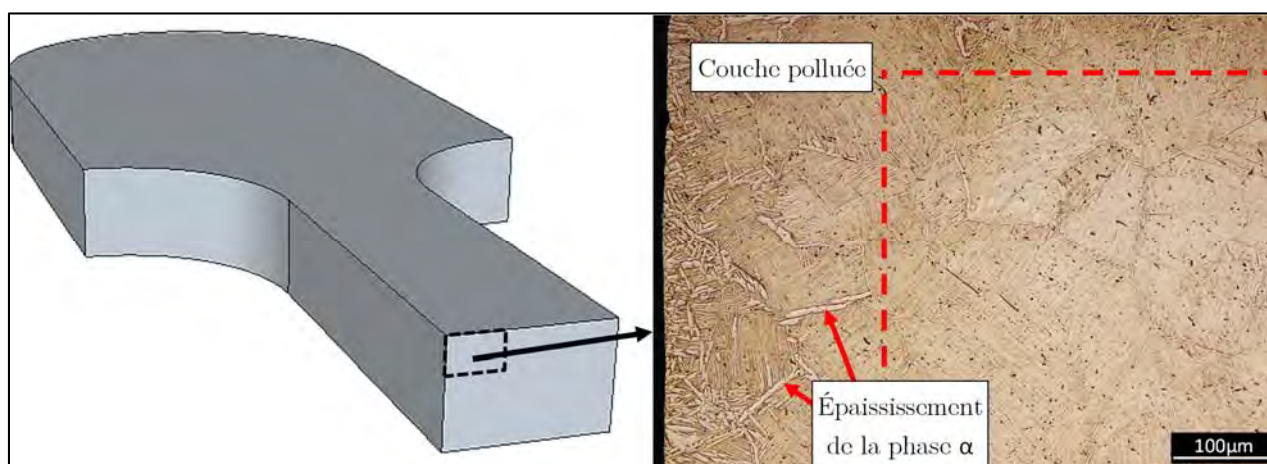


Figure 153 : Observation au microscope optique de la coupe d'une éprouvette PDC lors des essais préliminaires.

Sur l'extrême surface de l'éprouvette (à gauche sur la Figure 153, la surface en contact avec la matrice de l'outillage PDC), il est possible de voir de larges zones blanches qui correspondent à la phase α . A cause du spray graphite utilisé, une couche de carbure de titane se forme en extrême surface de l'éprouvette PDC suite au frittage. Un enrichissement au carbone, qui décroît progressivement en pénétrant au cœur de la pièce, est probablement responsable de la stabilisation de la phase α à plus haute température, ce qui provoque son épaissement exagéré lors du refroidissement. Le spray utilisé pose un problème de contamination. L'utilisation d'un spray de formulation différente (concentration, composition ou forme allotropique de graphite) ou de nature différente peut régler le problème mais ce dernier peut aussi résulter d'une trop grande mouillabilité de la suspension déposée sur les parois de la matrice.

Afin de ne pas dépasser les limites de teneur en carbone pour le TA6V (voir Tableau 43), une épaisseur de 400 μ m correspondant à la profondeur maximale de présence de phase α anormalement épaisse majorée de 100 μ m observée sur les microstructures, est retirée de chacune des quatre faces des éprouvettes. Ainsi, les valeurs enregistrées lors des essais de traction ne seront pas affectées par des variations de composition chimique.

3.2.2. Cycles de frittage

Le cycle de frittage des éprouvettes PDC correspond au cycle schématique présenté à la Figure 135.

Le thermocouple de contrôle est placé dans un trou à 3mm de profondeur de la surface de la matrice.

Afin d'éprouver la répétabilité du procédé, treize éprouvettes sont densifiées dans des conditions de frittage identiques qui sont brièvement rappelés : température de palier de 800°C (température macroscopique), pression de 100MPa appliquée à l'arrivée du palier en température de 20min.

Les cycles de frittage de quatre essais sont présentés à la Figure 154. Ils sont représentatifs de l'ensemble de la campagne d'essai.

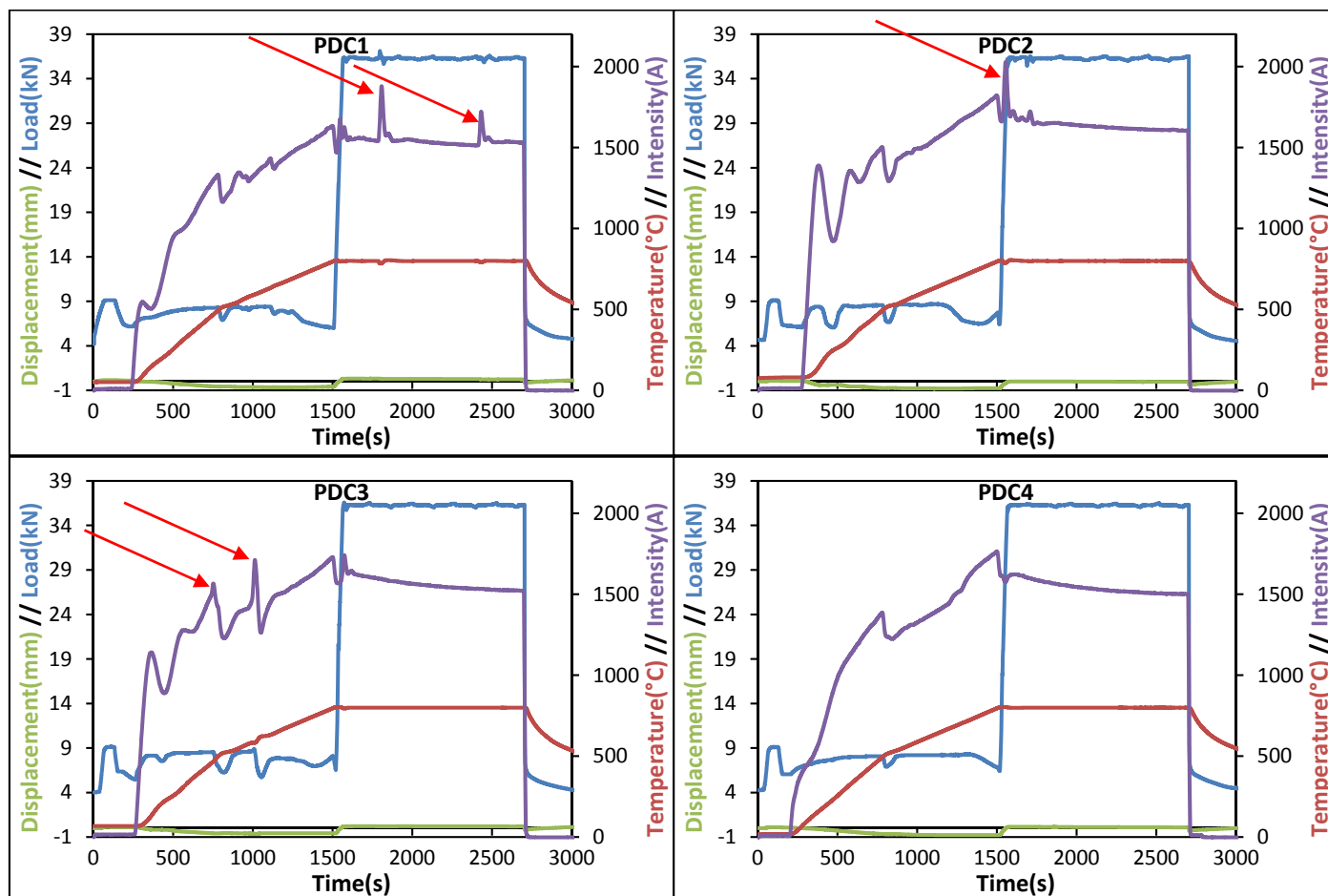


Figure 154 : Cycles de frittage des essais PDC1, PDC2, PDC3 et PDC4 (représentatif de PDC4 à PDC13).

Pour PDC1, PDC2 et PDC3, d'importantes fluctuations des courbes d'intensités ainsi que des pics d'intensités sont observés (flèches rouges sur les graphes de la Figure 154). En accord avec ce qui a été constaté lors des densifications d'échantillons denses modèles, ces pics d'intensité peuvent conduire à des hétérogénéités de microstructure dans les pièces finales. Cependant, pour PDC3, les pics d'intensité surviennent dans un domaine de température encore relativement bas par rapport à la température de palier. Ces anomalies devraient donc ne pas avoir d'incidence sur la microstructure finale de cette éprouvette.

Pour PDC4 à PDC13, les cycles de frittage présentent une courbe d'intensité du courant sans aucun pic ni fluctuation exagérée.

Les puissances électriques maximales dissipées lors des essais de frittage ainsi que les densités mesurées des éprouvettes PDC sont reportées dans le Tableau 53.

Tableau 53 : Puissance électrique dissipée maximale et densités relatives des éprouvettes PDC obtenus après frittage.

Nom	PDC1	PDC2	PDC3	PDC4	PDC5	PDC6	PDC7
Puissance électrique dissipée maximale (W)	6180	6860	5730	5760	5690	5800	5560
Densité relative ($\pm 0,5\%$)	± 190	± 210	± 180	± 180	± 180	± 180	± 170
Nom	PDC8	PDC9	PDC10	PDC11	PDC12	PDC13	
Puissance électrique dissipée maximale (W)	5410	5690	5730	5660	5600	5500	
Densité relative ($\pm 0,5\%$)	± 170	± 180	± 180	± 180	± 170	± 170	
Densité relative ($\pm 0,5\%$)	99,6%	99,6%	99,7%	99,7%	99,7%	99,7%	99,6%

Les valeurs de puissances électriques maximales dissipées calculées de PDC1 et PDC2 sont supérieures de 400 à 1100W aux autres essais, comme il était attendu suite aux observations des pics d'intensité sur les graphes de la Figure 154. PDC3 présente une puissance électrique dissipée maximale similaire aux essais PDC4 à PDC13 malgré les anomalies de la courbe de courant lors du frittage. Ces anomalies étant situées dans un domaine de température relativement bas, aucune incidence ne peut être remarquée sur la puissance électrique dissipée maximale.

Les analyses des courbes de frittages et les données récoltées pour ces essais ont permis d'identifier le facteur rendant la régulation difficile pour la machine : un mauvais positionnement des pistons, i.e. non symétriques par rapport à la matrice (voir schéma de la Figure 155), entraîne une inhomogénéité des surfaces de contact verticales piston/matrice (voir Figure 156).

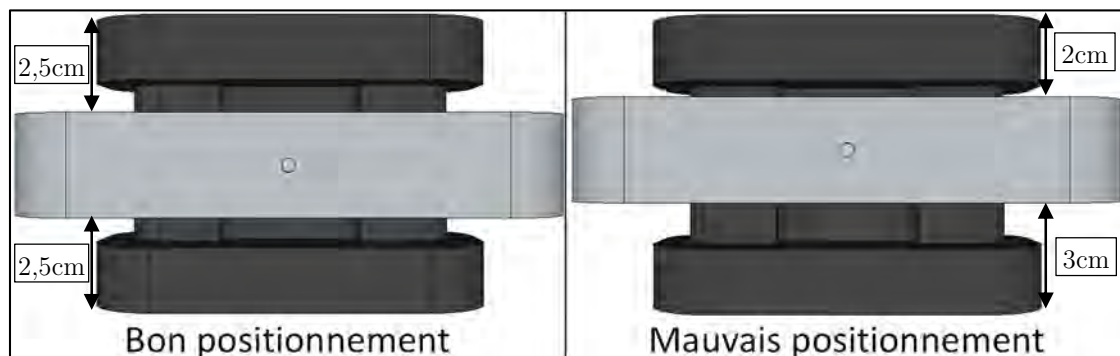


Figure 155 : Représentation schématique du bon positionnement des pistons (à gauche) et du mauvais positionnement (à droite).

Les résistances locales étant différentes, des suréchauffements locaux ont alors lieu. Ces élévations de température ne peuvent être régulées par la machine. Elles entraînent des hétérogénéités de températures au sein du corps granulaire qui peuvent conduire à des microstructures hétérogènes et difficilement répétables.

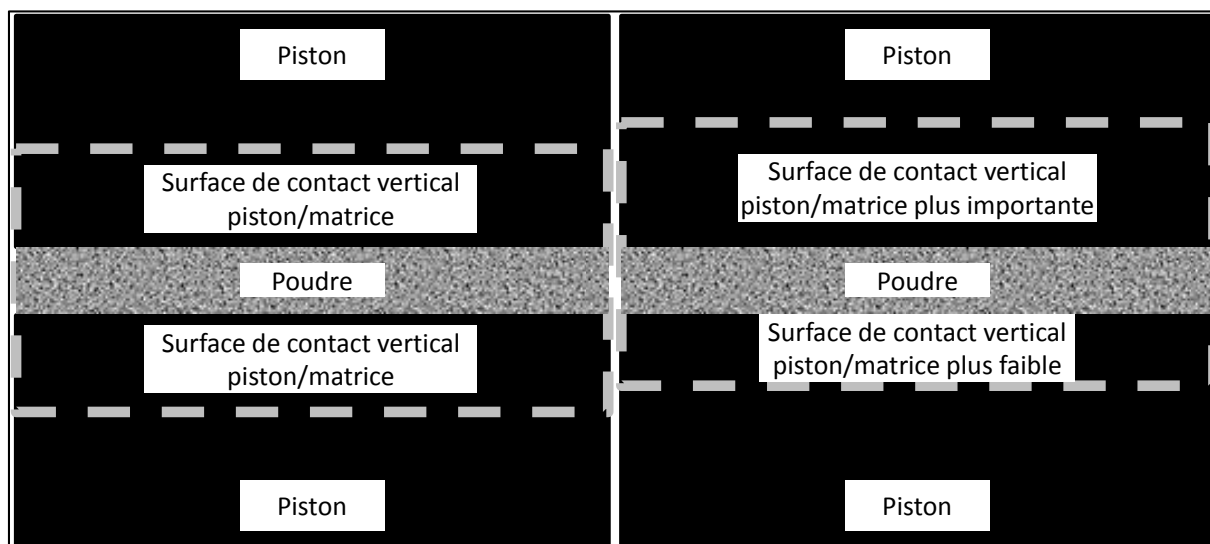


Figure 156 : Vue en coupe de l'outillage PDC. A gauche, les pistons sont disposés symétriquement de part et d'autre de la poudre dans la matrice. A droite, le piston du haut est plus enfoncé que le piston du bas et les surfaces de contact vertical piston/matrice sont donc différentes.

Tamburini et al.¹²⁷ calculent les différences de température sur les deux faces d'un échantillon d'alumine en fonction du décalage par rapport à la position centrale dans une matrice (voir Figure 157). L'effet de l'asymétrie du positionnement des pistons sur la température de l'échantillon est donc un phénomène connu.

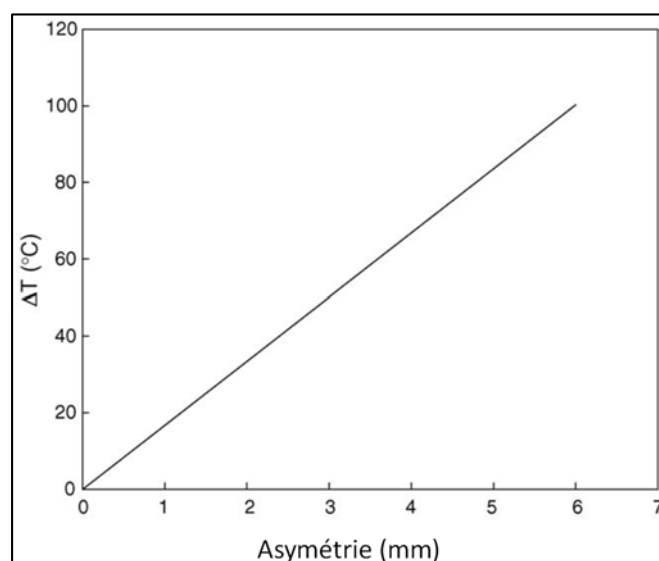


Figure 157 : Différences de températures calculées entre les deux faces d'une pastille d'alumine de 3mm d'épaisseur.¹²⁷

Concernant les puissances électriques maximales dissipées des essais PDC4 à PDC13, les valeurs sont proches avec une moyenne de 5640 ± 90 W. Une très bonne répétabilité est donc observée concernant le frittage. Une très bonne répétabilité de la microstructure entre les différentes éprouvettes est donc attendue.

3.2.3. Microstructures des éprouvettes PDC

3.2.3.1. Observations

Les microstructures des zones utiles observées sur les faces supérieures et inférieures ainsi qu'en coupe après essai de traction sont similaires. Les observations des surfaces sont présentées dans cette section. Les trois essais de frittage SPS, avec anomalies des courbes d'intensités, sont présentés en premier lieu. La microstructure de PDC4 (représentatif du reste des éprouvettes) est présentée à la fin.

L'observation en microscopie optique de la microstructure de PDC1 est présentée à la Figure 158.

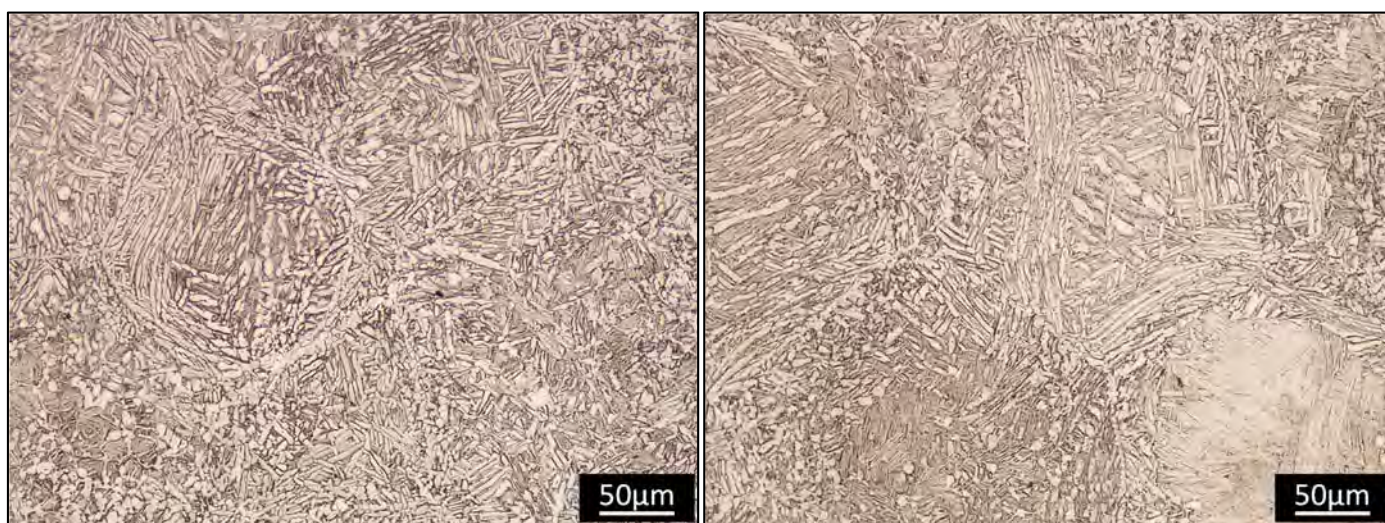


Figure 158 : Microstructure observée en microscopie optique de la zone utile de PDC1.

La microstructure de la zone utile est composée de zones traitées dans le domaine $\alpha+\beta$ et de zones plus ou moins sphériques traitées dans le domaine β . Des grains équiaxes α sont présents ainsi que des lamelles de phase α . Les zones traitées dans le domaine β présentent une microstructure de type Widmanstätten. La localisation dans la zone utile de PDC1 des zones traitées dans le domaine β sont présentées schématiquement sur la Figure 159 (en rouge).

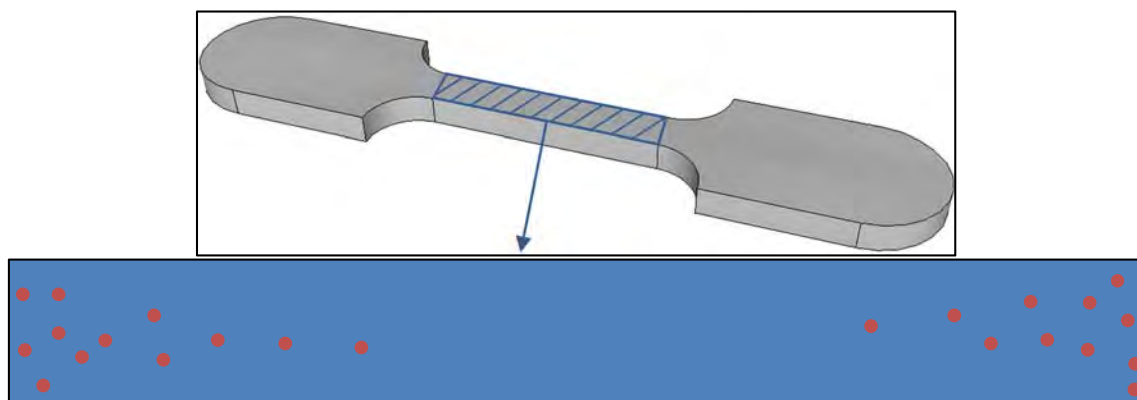


Figure 159 : Représentation schématique de la zone utile et localisation des zones traitées dans le domaine β (en rouge). Vue sur les faces supérieures et inférieures.

Les zones traitées dans le domaine β sont plus nombreuses lorsque l'on s'approche des têtes d'éprouvettes. Même si elles sont présentes au centre de la zone utile, les zones traitées dans le domaine β sont plus rares. La présence plus importante des zones traitées dans le domaine β sur les bords de la zone utile s'explique par le fait qu'une plus grande proportion de courant passe par les têtes⁶. Un échauffement maximum a donc lieu au niveau des têtes qui présentent une microstructure de Widmanstätten (non présentée ici). Ces zones ponctuelles traitées dans le domaine β ont également été observées pour les échantillons FrC850_1 et FrC850_2. Leur présence indique que la température du corps granulaire est alors d'environ 975°C. La température atteinte par le corps granulaire au niveau de la zone utile est donc située aux alentours de 975°C. Cette température est plus élevée à mesure que les têtes d'éprouvettes sont approchées, comme en témoigne la présence accrue des zones ponctuelles traitées dans le domaine β .

L'observation en microscopie optique de la microstructure de PDC2 est présentée à la Figure 160.

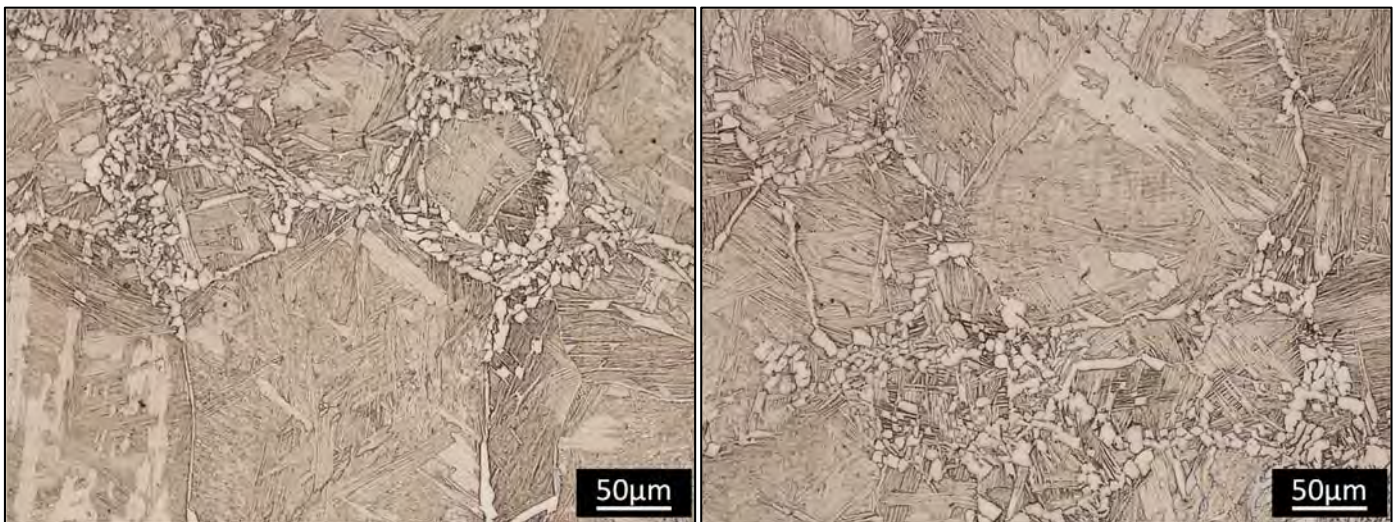


Figure 160 : Microstructure observée en microscopie optique de la zone utile de PDC2.

La microstructure de la zone utile est complètement traitée dans le domaine β avec une microstructure de type Widmanstätten. Cependant, au niveau des liserés α_{GB} , des grains équiaxes sont formés. Cette microstructure correspond à une microstructure en collier. Cela signifie que la température atteinte avant l'application de la pression était supérieure à T_β puis est passée en dessous pendant l'application de la pression. Des grains équiaxes sont alors formés à cause de la déformation qui accompagne la mise en pression. Ces grains sont présents autour des granules initiaux. Par analogie avec la formation de la microstructure décrite dans la partie concernant les échantillons modèles, certains granules subissent la déformation sur leur globalité. Des zones plus larges de grains équiaxes α sont alors formées. D'autres granules subissent une déformation seulement en

surface. Les grains équiaxes entourent alors les zones β . Lorsque la déformation est encore plus faible, les liserés α_{GB} sont légèrement "brisés". La température atteinte ici est située aux alentours de T_β .

La microstructure de PDC3 est présentée à la Figure 161.

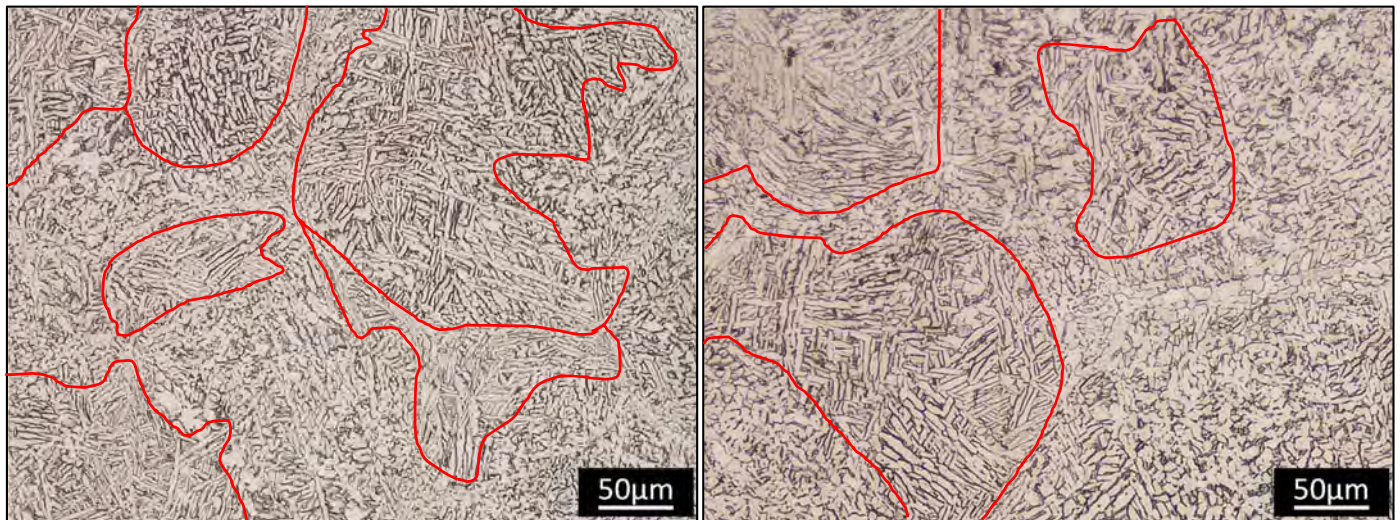


Figure 161 : Microstructure observée en microscopie optique de la zone utile de PDC3.

Ici, la microstructure de la zone utile est complètement traitée dans le domaine $\alpha+\beta$ et ce, de façon homogène. Par analogie aux échantillons modèles, un nuage de grains équiaxes α plus ou moins interconnectés entoure des zones plus ou moins sphériques de lamelles de phase α (entourées en rouge). Comme prévu lors de l'analyse du cycle de frittage, les pics de la courbe d'intensité ne sont pas préjudiciables car ils sont présents dans un domaine de température encore relativement bas et la microstructure est donc identique à celles de PDC4 à PDC13 (voir ci-après).

La microstructure de PDC4 (représentative de PDC4 à PDC13) est présentée à la Figure 162.

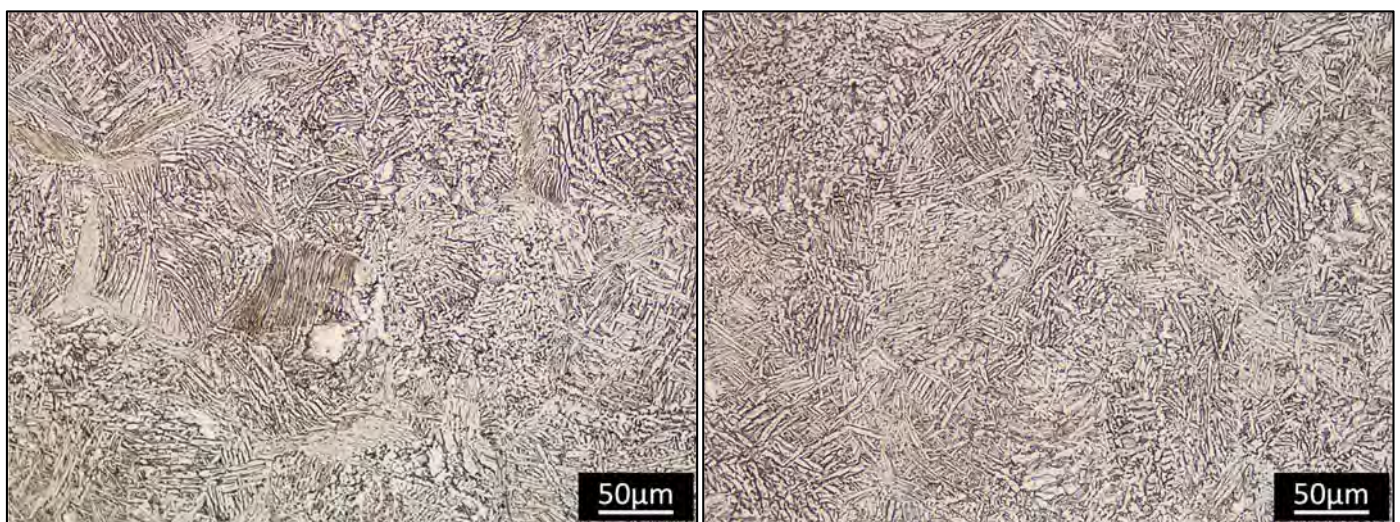


Figure 162 : Microstructure observée en microscopie optique de la zone utile de PDC4.

Ici également, la microstructure est complètement traitée dans le domaine $\alpha+\beta$. Cette microstructure est observée pour les neuf échantillons restants (de PDC5 à PDC13).

La quantification de la proportion et de la taille des éléments structuraux est donnée dans le Tableau 54.

Tableau 54 : Quantification des éléments microstructuraux dans les éprouvettes PDC.

Nom	% grains équiaxes	% zones β	Diamètre des grains équiaxe	Largeur des lamelles (population 1)	Largeur des lamelles (population 2)
PDC1	20±5%	7±2%	3,8±0,5µm	1,5±0,2µm	2,5±0,5µm
PDC2	18±5%	82±5%	5,0±0,5µm	1,4±0,2µm	-
PDC3	26±5%	1%	3,5±0,2µm	1,2±0,4µm	2,4±0,4µm
PDC4	17±5%	-	2,8±0,3µm	1,5±0,4µm	2,5±0,5µm
PDC5	16±5%	-	3,7±0,3µm	1,6±0,4µm	2,5±0,8µm
PDC6	14±5%	-	2,6±0,2µm	1,4±0,5µm	2,8±0,6µm
PDC7	14±5%	-	3,2±0,3µm	1,6±0,4µm	2,8±0,5µm
PDC8	16±5%	-	2,9±0,5µm	1,4±0,3µm	2,3±0,3µm
PDC9	19±5%	-	3,6±0,4µm	1,3±0,3µm	2,6±0,5µm
PDC10	26±5%	-	2,7±0,2µm	1,3±0,4µm	2,5±0,3µm
PDC11	22±5%	-	2,8±0,5µm	1,4±0,2µm	2,5±0,3µm
PDC12	20±5%	-	2,7±0,2µm	1,2±0,2µm	2,5±0,5µm
PDC13	23±5%	-	3,0±0,2µm	1,5±0,3µm	2,7±0,6µm

Hormis les zones ponctuelles traitées dans le domaine β , les éléments microstructuraux sont présents en proportions similaires et avec des tailles proches.

3.2.3.2. Conclusions intermédiaires

Sur treize échantillons, onze présentent des microstructures similaires. Cette microstructure correspond à celle décrite grâce au frittage des échantillons modèles sous T_β : des zones plus ou moins sphériques (correspondantes aux granules de la poudre initiale) de lamelles de martensite revenue sont entourées par un nuage de grains équiaxes plus ou moins interconnectés. Les quantifications des tailles des éléments microstructuraux indiquent également de bonnes similitudes pour les onze échantillons. Pour les deux autres échantillons (PDC1 et PDC2), des zones traitées dans le domaine β sont présentes à cause d'un positionnement asymétrique des pistons dans l'axe vertical.

Ainsi, une très bonne répétabilité de la microstructure est obtenue pour onze essais sur treize. De plus, les causes des différences observées pour les deux essais restant ont été identifiées. Un mauvais positionnement des pistons est en cause.

De plus, il a été identifié une température atteinte par PDC1 de 975°C et une température supérieure à T_β pour PDC2. Puisque les puissances électriques dissipées sont plus faibles pour les échantillons PDC3 à PDC13 et qu'aucune zone ponctuelle ayant dépassée T_β n'est observée, les températures maximales atteintes lors du frittage sont plus faibles. Lors du frittage des échantillons modèles, la température maximale atteinte par le corps granulaire ne provoquant pas la présence de zones ponctuelles traitées dans le domaine β est de 920°C. Il est donc probable que la température atteinte pas les corps granulaires dans les outillages PDC soient similaires.

3.2.4. Propriétés mécaniques en traction

Suite aux essais de frittage et à la rectification des éprouvettes, des essais de traction sont réalisés. Dans un premier temps, les essais de traction des éprouvettes sans traitement de détente sont présentés puis dans un second temps, les essais de traction des éprouvettes avec traitement de détente.

3.2.4.1. Éprouvettes PDC sans traitement de détente

Les essais de traction des éprouvettes sans traitement de détente sont présentés à la Figure 163. Les valeurs des propriétés en traction sont reprises dans le Tableau 55.

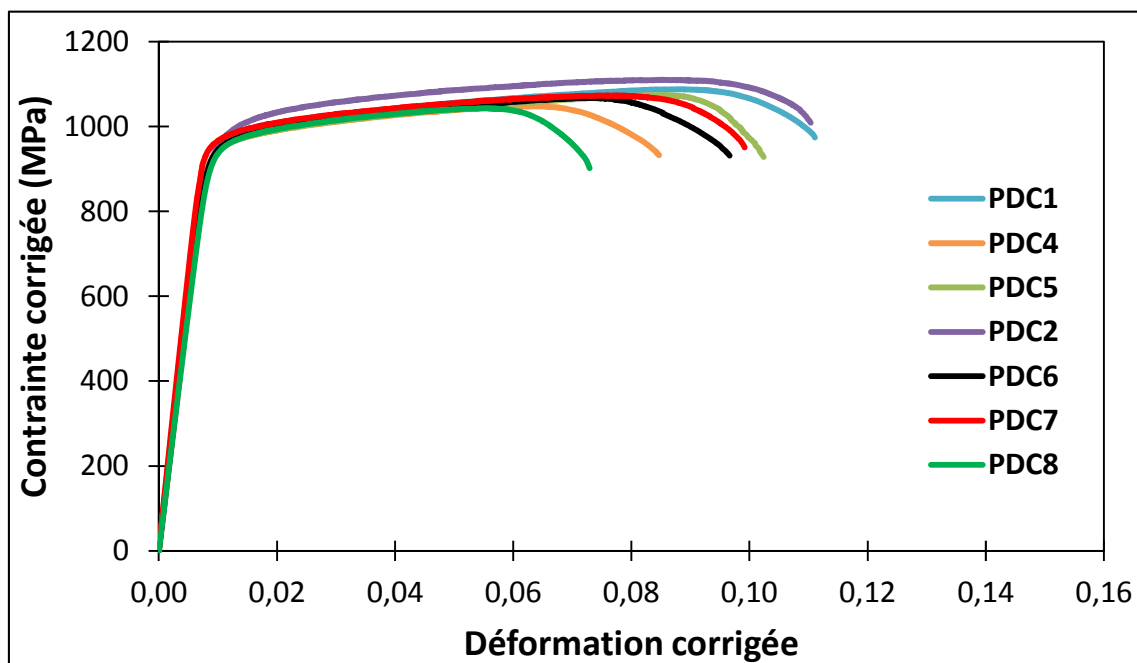


Figure 163 : Courbes de traction obtenues sur les éprouvettes PDC après rectification et sans traitement thermique de détente.

Tableau 55 : Valeurs moyennes et incertitudes des propriétés en traction des éprouvettes PDC après rectification et sans traitement thermique de détente.

Nom	Densité relative ($\pm 0,5\%$)	Module d'Young (GPa)	Limite d'élasticité à 0,2% (MPa)	Résistance maximale (MPa)	Allongement à la rupture
PDC1	99,6%	113	952	1088	11,1%
PDC2	99,5%	115	959	1110	11,0%
PDC4	99,7%	115	940	1048	8,5%
PDC5	99,7%	122	943	1074	10,2%
PDC6	99,6%	115	953	1068	9,7%
PDC7	99,6%	121	952	1078	10,5%
PDC8	99,6%	111	945	1043	7,3%
Moyenne		116\pm4	949\pm6	1073\pm21	9,8\pm1,3%

Les limites d'élasticité sont comprises entre 940 et 959MPa avec une moyenne de 949 \pm 6MPa. Les résistances maximales sont comprises entre 1043 à 1088MPa avec une moyenne de 1073 \pm 21MPa. Les allongements à rupture sont compris entre 7,3 et 11,1% avec une moyenne de 9,8 \pm 1,1%. Aucune corrélation ne peut être faite avec les densités relatives mesurées. De plus, les microstructures particulières de PDC1 et PDC2 n'engendrent pas de comportements mécaniques anormaux. PDC2 (microstructure en collier) présente la résistance maximale la plus élevée avec un allongement à la rupture de 11%.

3.2.4.2. Eprouvettes PDC avec traitement de détente

Les essais de traction des éprouvettes avec traitement de détente sont présentés à la Figure 164. Les valeurs des propriétés en traction sont reprises dans le Tableau 56.

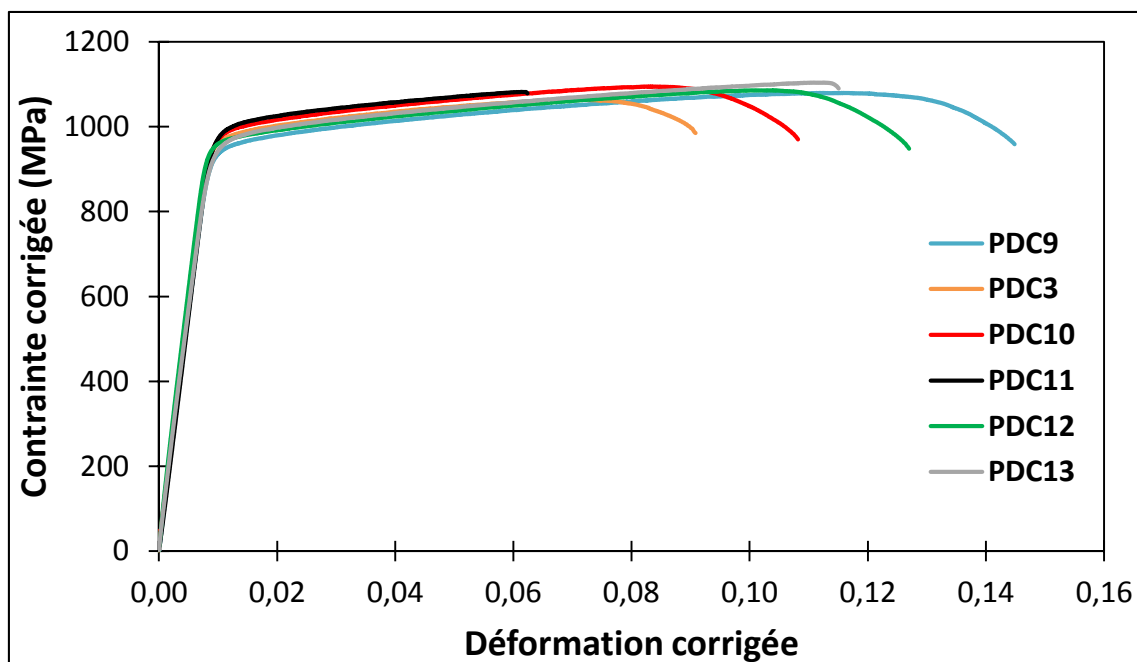


Figure 164 : Courbes de traction obtenues sur les éprouvettes PDC après rectification et après traitement thermique de détente.

PDC11 présente une rupture prématurée sans striction. Une valeur moyenne écartant PDC11 est donc calculée dans le Tableau 56.

Tableau 56 : Valeurs moyennes et incertitudes des propriétés en traction des éprouvettes PDC après rectification et après traitement thermique de détente.

Nom	Densité relative ($\pm 0,5\%$)	Module d'Young (GPa)	Limite d'élasticité à 0,2% (MPa)	Résistance maximale (MPa)	Allongement à la rupture
PDC3	99,8%	114	967	1064	9,1%
PDC9	99,6%	111	953	1080	14,5%
PDC10	99,7%	114	981	1095	10,8%
PDC11	99,7%	113	989	1082	6,2%
PDC12	99,7%	116	967	1086	12,7%
PDC13	99,6%	108	960	1104	11,5%
Moyenne		113 \pm 3	970 \pm 14	1085 \pm 14	10,8 \pm 2,9%
Moyenne sans PDC11		113\pm4	970\pm12	1085\pm18	11,7\pm2,3%

En écartant PDC11, les limites d'élasticité sont comprises entre 953 et 981MPa avec une moyenne de 970 \pm 12MPa. Les résistances maximales sont comprises entre 1064 à 1104MPa avec une moyenne de 1085 \pm 18MPa. Les allongements à rupture sont compris entre 9,1 et 14,5% avec une moyenne de 11,7 \pm 2,3%. Aucune corrélation ne peut être faite avec les densités relatives mesurées.

3.2.4.3. Discussion

Les courbes de traction de l'ensemble des éprouvettes PDC sont reportées sur le graphe de la Figure 165. En vert, les éprouvettes n'ayant pas subi de traitement thermique, en rouge, les éprouvettes ayant subi un traitement thermique.

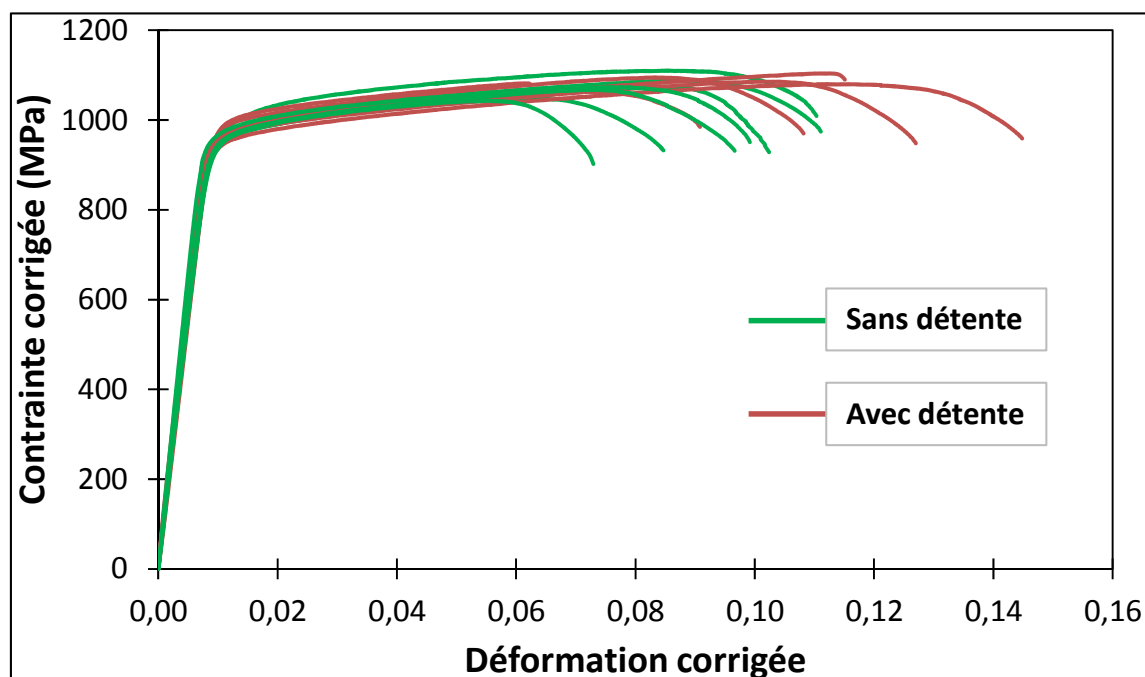


Figure 165 : Courbes de traction obtenues à partir des éprouvettes PDC. En vert, les éprouvettes n'ayant pas subi de traitement thermique de détente ; en rouge, les éprouvettes ayant subi un traitement thermique de détente.

L'observation des courbes indiquent que le traitement thermique de détente n'a pas d'effet notable sur les limites d'élasticité et les résistances à la traction. Aucun adoucissement notable n'est donc observé. Une légère augmentation de l'allongement à rupture est cependant observée ($\approx +2\%$). A priori, un certain taux de contraintes résiduelles dans les éprouvettes après frittage SPS est présent.

Tableau 57 : Valeurs moyennes des propriétés mécaniques en traction des éprouvettes PDC.

Type d'éprouvette	Module d'Young (GPa)	Limite d'élasticité à 0,2% (MPa)	Résistance maximale (MPa)	Allongement à la rupture
Sans détente	116±4	949±12	1073±16	9,8±1,3%
Avec détente	113±4	970±12	1085±18	11,7±2,3%

3.2.5. Faciès de rupture

Les faciès de rupture des éprouvettes ayant des microstructures différentes sont présentés en premier lieu (PDC1 et PDC2) respectivement à la Figure 166 et la Figure 167. Le faciès de rupture de PDC3 (pics d'intensité présents lors du frittage) est présenté à la Figure 168. Ensuite, le faciès de rupture de PDC11 est présenté (voir Figure 169) afin d'apporter des éléments de réponse quant à la rupture prématurée enregistrée lors de l'essai de traction (allongement à la rupture de 6,2%). Enfin, le faciès de rupture de PDC4 est présenté à la Figure 170. Il est représentatif des faciès de rupture de toutes les autres éprouvettes, qu'elles aient subi le traitement thermique de détente ou non.

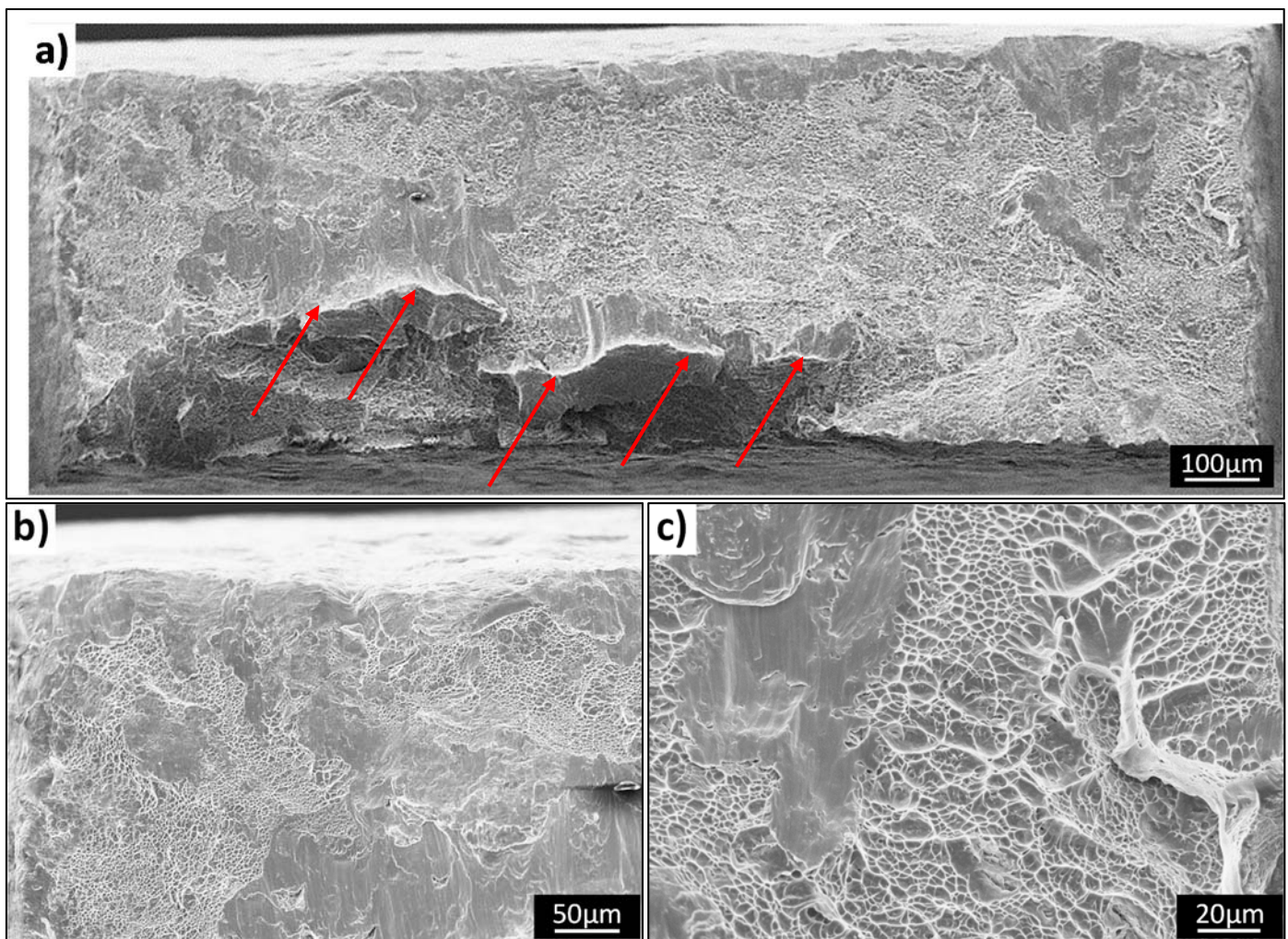


Figure 166 : Faciès de rupture observé en microscopie électronique à balayage de l'éprouvette PDC1.

Le faciès de rupture de PDC1 présente des zones de cupules, classique d'un mode de rupture ductile ainsi que des zones ressemblant à des cupules de cisaillement autour de la crête (flèches rouges sur la Figure 166a). La présence de ces zones peut être due à la localisation de la déformation plastique, qui apparaît pour des grande déformations¹⁵⁸. Par ailleurs, ces mêmes zones sont observées en bordure du faciès et présentent des

bandes de glissement (Figure 166c). Un contact accidentel entre les deux faces de l'éprouvette après rupture peut également expliquer ces morphologies.

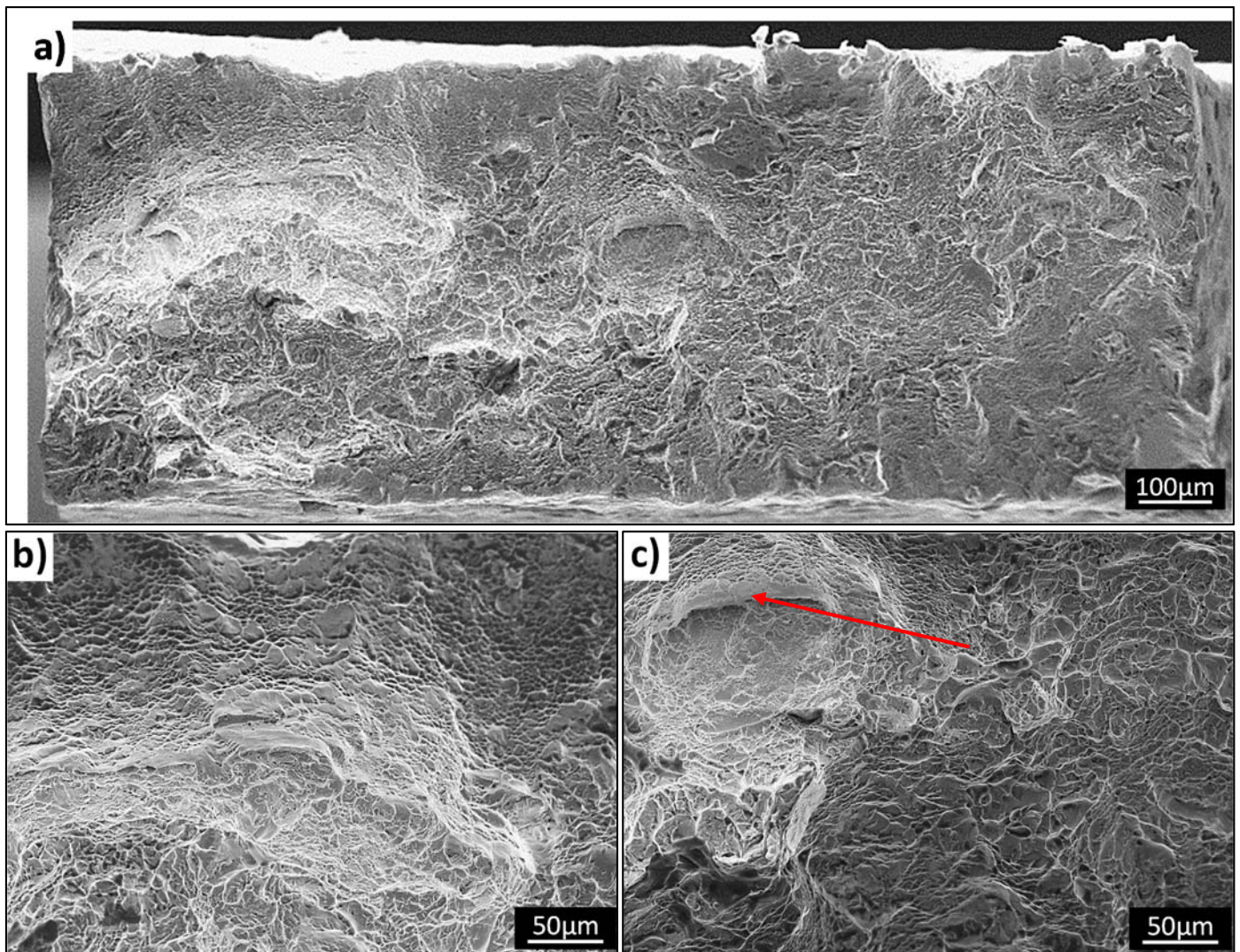


Figure 167 : Faciès de rupture observé en microscopie électronique à balayage de l'éprouvette PDC2.

Le faciès de PDC2 présente un faciès avec des cupules classiques d'une rupture ductile avec cependant des cupules plus grosses que pour les autres éprouvettes. Il est à noter que la taille moyenne des grains équiaxes de cette éprouvette est également plus grande que pour les autres éprouvettes. Des zones arrondies, de diamètres de l'ordre de grandeur du diamètre des granules de la poudre, faisant penser à des contours de granules sont également visibles (flèche rouge Figure 167c). Les morphologies plates sur ces contours, laissent supposer qu'une rupture par clivage s'opère dans ces zones.

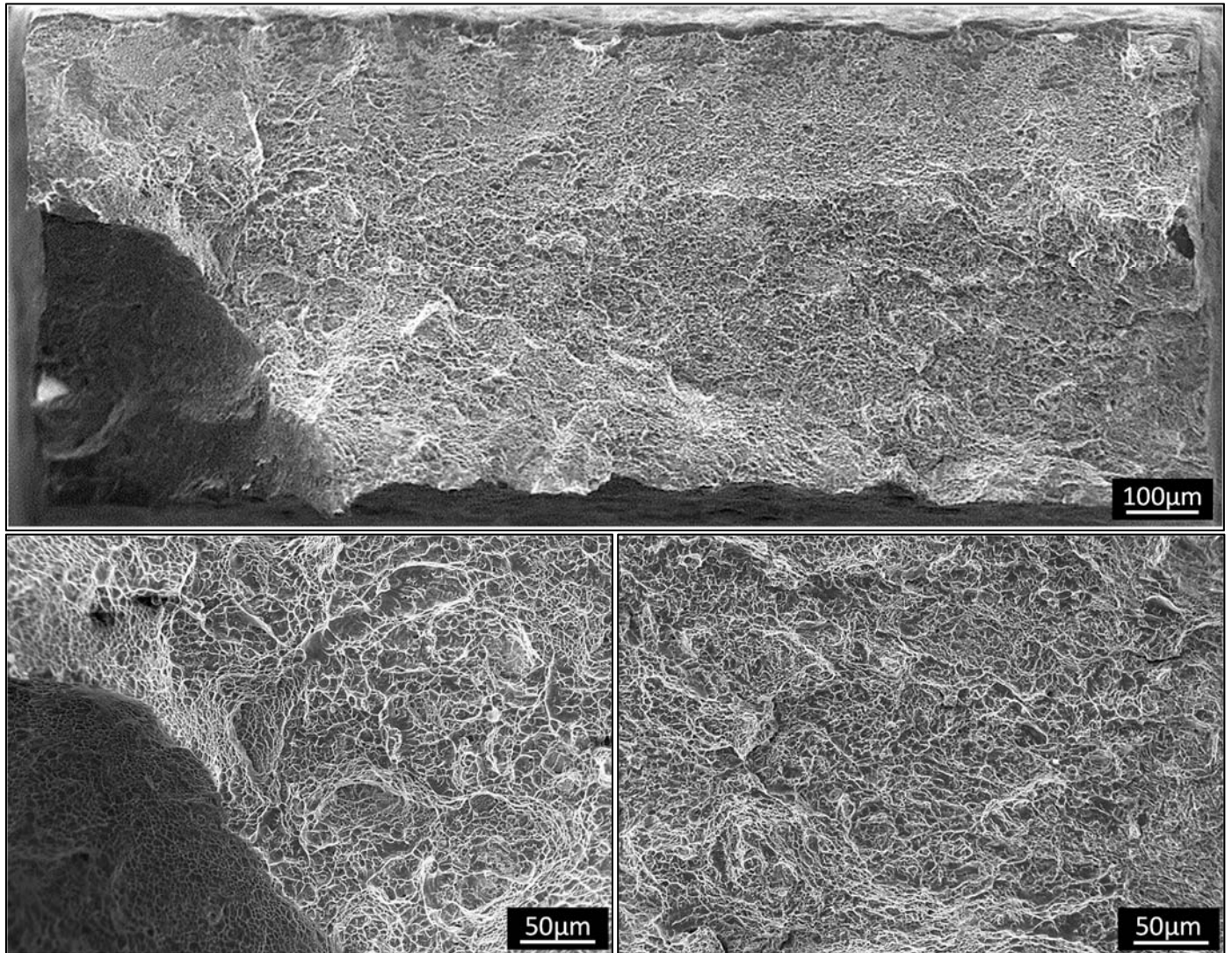


Figure 168 : Faciès de rupture observé en microscopie électronique à balayage de l'éprouvette PDC3.

Le faciès de PDC3 présente un faciès avec des cupules classiques d'une rupture ductile.

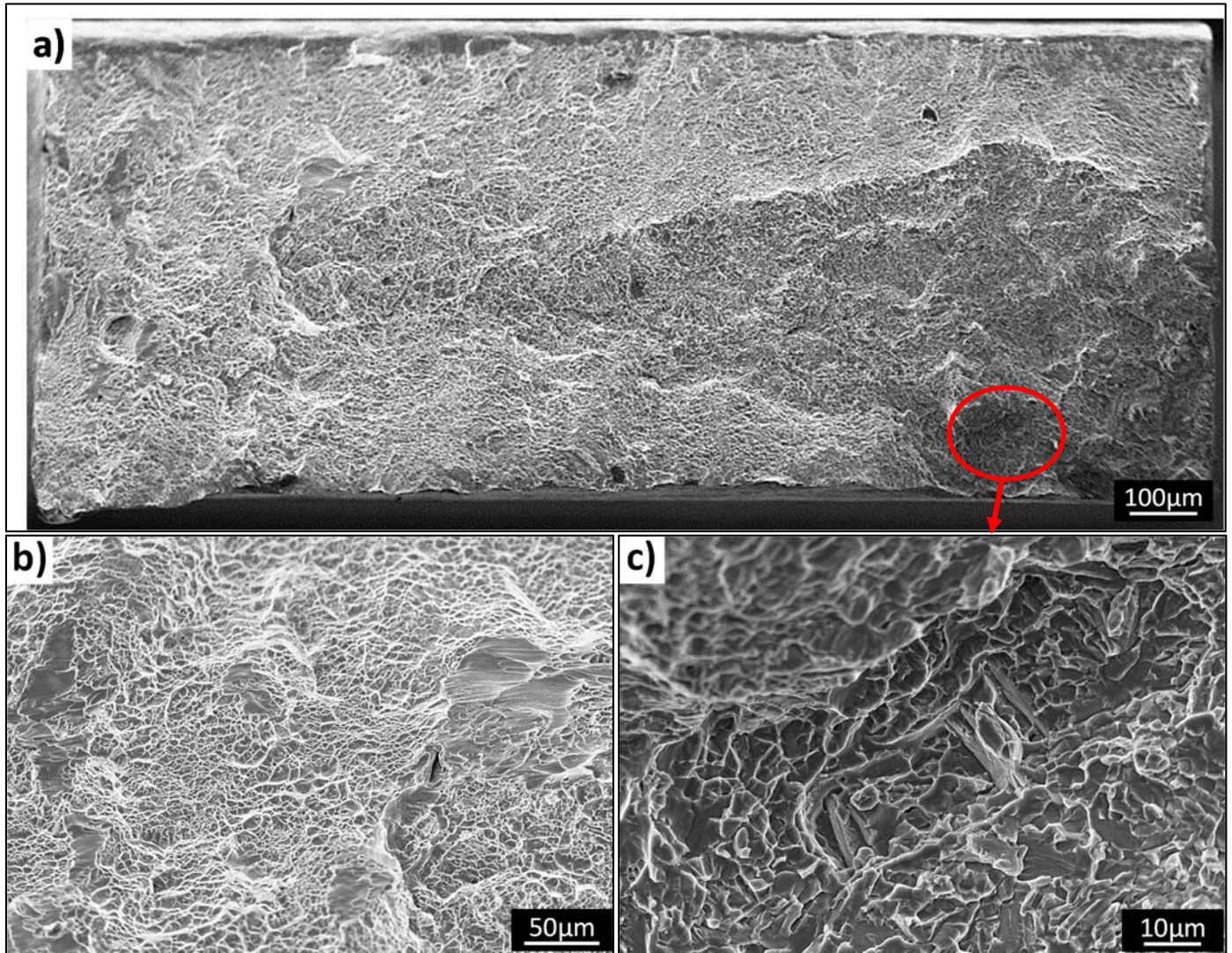


Figure 169 : Faciès de rupture observé en microscopie électronique à balayage de l'éprouvette PDC11.

Le faciès de PDC11 présente majoritairement des cupules classiques d'une rupture ductile. Cependant, une très petite zone de rupture par clivage est observée (entourée en rouge sur la Figure 169a et à plus fort grossissement sur la Figure 169c). La présence de cette zone de rupture n'est pas observée sur les autres faciès et peut expliquer l'absence de striction sur la courbe d'essai de traction de l'échantillon.

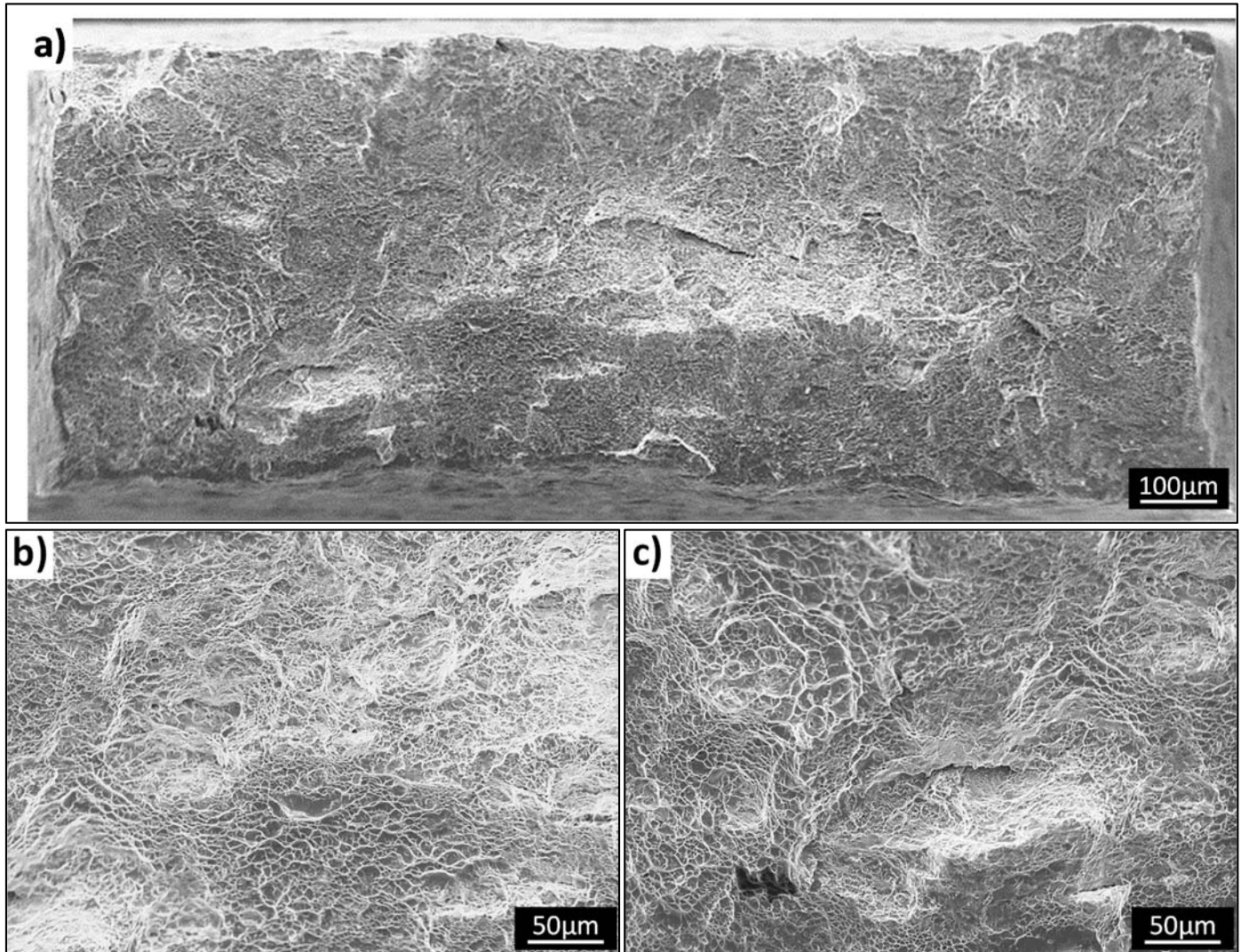


Figure 170 : Faciès de rupture observé en microscopie électronique à balayage de l'éprouvette PDC4.

Le faciès de PDC4 est représentatif du reste des éprouvettes. L'observation révèle la présence très majoritaire de cupules caractéristiques du mode de rupture ductile.

3.3. Comparaison des éprouvettes usinées et près des cotes

Le frittage de chaque type de pièce est réalisé selon le même cycle. Cependant, la position du thermocouple de contrôle n'est pas identique. En effet, pour des raisons de tenue mécanique, il ne peut pas être placé dans le trou de 3mm de profondeur dans l'outillage pavé arrondi. Les gradients de température qui existeraient au sein de l'outillage feraient dépasser la température limite d'utilisation de 800°C au niveau des pistons. Un fluage de ces derniers aurait lieu, détruisant l'outillage.

A cause de l'écart de positionnement des thermocouples, les températures réellement atteintes par le corps granulaire lors du frittage de chaque type de pièce sont différentes. Les pavés arrondis sont densifiés à des températures légèrement supérieures à 800°C tandis que les éprouvettes PDC sont densifiées à des températures plus élevées. La connaissance de la température atteinte par le corps granulaire lors du frittage des éprouvettes PDC est possible grâce à l'observation des microstructures. En effet, pour des conditions très similaires, PDC1 présente des zones ponctuelles ayant dépassées T_{β} . Dans l'étude des échantillons modèles (section 2.2.3), il a été précisé qu'une température d'environ 975°C est atteinte par le corps granulaire lorsque ces zones ponctuelles sont observées. De plus, l'étude montre également que la puissance électrique dissipée maximale est un bon indicateur de la température atteinte par le corps granulaire. Or, la puissance électrique dissipée maximale de la grande majorité des éprouvettes PDC est comprise entre 5400W et 5800W. Ces valeurs restent bien inférieures aux 6200W pour l'échantillon PDC1 sur lequel les zones ponctuelles traitées dans le domaine β ont été constatées. Les températures atteintes par les éprouvettes PDC (PDC3 à PDC13) sont probablement situées autour de 920°C. Les frittages ont donc lieu dans le domaine $\alpha+\beta$ pour l'ensemble des pièces (pavés et PDC).

Hormis les éprouvettes PDC1 et PDC2, aucune différence majeure ne peut être constatée en termes de microstructure sur les autres éprouvettes PDC. Les pièces de chaque type (pavé arrondi et PDC) présentent les mêmes morphologies de microstructures, c'est-à-dire un nuage de grains α équiaxes plus ou moins interconnectés entourant des zones plus ou moins sphériques de lamelles de phase α . Les tailles des éléments microstructuraux sont également similaires entre les différents types de pièces.

Les courbes de traction de tous les échantillons sont reprises dans le graphe de la Figure 171 et les valeurs moyennes sont reportées dans le Tableau 58.

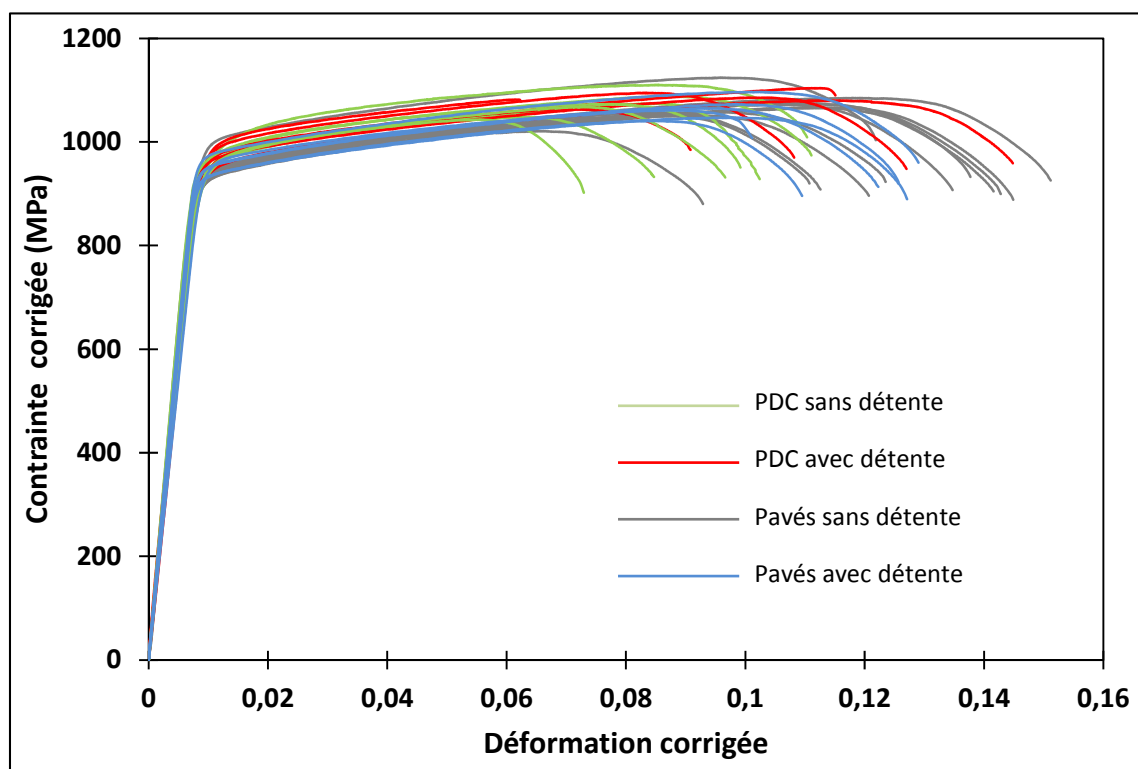


Figure 171 : Courbes de traction de l'ensemble des éprouvettes.

Les statistiques réalisées à partir des essais de traction montrent que 75% des valeurs d'allongement à rupture sont comprises entre 10 et 15%. Ces valeurs sont assez dispersées mais il convient de rappeler que les essais de frittage sont réalisés dans des conditions difficiles. En utilisant P_{fr} à la place de P_{ch} , des résultats plus resserrés peuvent être espérés. 85% des valeurs de limite d'élasticité et de résistance maximale sont comprises respectivement entre 925 et 970 MPa et entre 1040 et 1100 MPa.

Tableau 58 : Valeurs moyennes des essais de traction menés sur les éprouvettes usinées dans les pavés arrondis (avec et sans traitement de détente) et sur les éprouvettes PDC (avec et sans traitement de détente).

Type d'éprouvette	Module d'Young (GPa)	Limite d'élasticité à 0,2% (MPa)	Résistance maximale (MPa)	Allongement à la rupture
Pavés sans détente	120±3	941±12	1067±16	12,8±1,1%
Pavés avec détente	119±6	948±16	1064±20	11,9±1,2%
PDC sans détente	116±4	949±12	1073±16	9,8±1,3%
PDC avec détente	113±4	970±12	1085±18	11,7±2,3%

Les valeurs de limite d'élasticité et de résistance maximale ne présentent que peu de différences pour l'ensemble des essais. Les allongements à rupture sont légèrement plus élevés pour les éprouvettes usinées dans les pavés. Ces résultats s'expliquent d'une part par la vitesse de refroidissement plus lente^{3,5} après le palier de frittage pour les pavés que

pour les éprouvettes PDC : de la température de palier et jusqu'à 600°C, les pavés refroidissent à environ 50°C/min et les PDC à environ 120°C/min et d'autre part par la température plus importante^{1,3,5} du corps granulaire dans les éprouvettes PDC que dans les pavés.

Le traitement thermique de détente n'a pas d'effet notable sur les propriétés en traction des éprouvettes usinées à partir des pavés arrondis. Cependant, un effet sur l'allongement à la rupture apparaît pour les éprouvettes PDC. Il est donc probable que des contraintes résiduelles plus importantes existent dans le cas du frittage dans les outillages PDC. La forme plus complexe de PDC peut expliquer ce phénomène : les changements de section entre les têtes d'éprouvettes et la zone utile entraînent des différences de refroidissement locales.

3.4. Comparaison des propriétés de traction des pièces obtenues par SPS aux pièces obtenues par d'autres techniques de mise en forme

Les propriétés en traction obtenues dans ces travaux de thèse sont ici comparées à des résultats de la littérature. Dans un premier temps, les résultats sont comparés à des essais sur TA6V mis en forme par SPS. Ensuite, une comparaison à d'autres procédés "près-des-cotes" (HIP puis fonderie) est réalisée. Enfin, les propriétés en traction sont comparées au forgeage (mise en solution et revenu simple).

Les propriétés en traction des éprouvettes obtenues dans ces travaux de thèse ainsi que des résultats provenant de la littérature pour une mise en forme par SPS sont regroupés dans le Tableau 59. Les comparaisons sont effectuées pour un même type de microstructure, c'est-à-dire de type traitée dans le domaine $\alpha+\beta$ (PDC1 et PDC2 sont donc exclues du calcul de la moyenne).

Tableau 59 : Propriétés en traction obtenues dans ces travaux de thèse et issues de la littérature pour une mise en forme par SPS.

Type d'éprouvette ou Réf.	Température de frittage du corps granulaire (°C)	Limite d'élasticité à 0,2% (MPa)	Résistance maximale (MPa)	Allongement à la rupture
Pavés sans détente	≈800	941±12	1067±16	12,8±1,1%
Pavés avec détente	≈800	948±16	1064±20	11,9±1,2%
PDC sans détente	≈920	947±7	1062±18	9,2±1,5%
PDC avec détente	≈920	970±12	1085±18	11,7±2,3%
Molinari et al. ⁷⁰	850 à 1000	914-990	991-1045	12,8-18,2%
Nerio ⁷¹	950	841±3	907±1	13±0,4%

Pour des températures du corps granulaire similaires à celles utilisée dans le cas des pavés arrondis, Molinari et Zadra⁷⁰ trouvent des valeurs de propriétés en traction proches bien

que la limite d'élasticité dans leurs travaux soit légèrement supérieure ($\approx +50\text{MPa}$). En revanche, en augmentant la température de frittage (la température du corps granulaire ; ici, cas des éprouvettes PDC), les allongements à rupture qu'ils enregistrent sont supérieurs tandis que les limites d'élasticité et les résistances maximales diminuent. Dans les travaux présentés ici, les allongements à rupture diminuent tandis que les limites d'élasticité et les résistances maximales restent stables (éprouvettes PDC). A la différence de leurs travaux, le frittage à plus haute température est réalisé ici dans des formes près des cotes. Des différences en termes de distributions des lignes de courants électriques liés au changement de section de l'outillage PDC peuvent avoir un effet inconnu. Pour des températures de frittage également proches de celles des PDC, Nerio⁷¹ trouve des valeurs de limites d'élasticité et de résistance maximale plus faibles (841MPa et 907MPa respectivement). Cependant, les valeurs d'allongement à rupture sont du même ordre de grandeur (13%).

Les valeurs de limite d'élasticité et de résistance maximale enregistrées lors de cette étude sont finalement égales ou supérieures aux valeurs enregistrées par des auteurs ayant densifiés des poudres de TA6V par SPS. Il est toutefois à noter des valeurs égales ou plus faibles concernant les allongements à rupture pour cette étude.

Les propriétés en traction des éprouvettes obtenues dans ces travaux de thèse ainsi que des résultats provenant de la littérature pour une mise en forme par HIP sont regroupés dans le Tableau 60. Les comparaisons sont effectuées pour un même type de microstructure, c'est-à-dire de type traitée dans le domaine $\alpha+\beta$ (PDC1 et PDC2 sont donc exclues du calcul de la moyenne).

Tableau 60 : Propriétés en traction obtenues dans ces travaux de thèse et issues de la littérature pour une mise en forme par HIP.

Type d'éprouvette ou Réf.	Température de frittage du corps granulaire (°C)	Limite d'élasticité à 0,2% (MPa)	Résistance maximale (MPa)	Allongement à la rupture
Pavés sans détente	≈800	941±12	1067±16	12,8±1,1%
Pavés avec détente	≈800	948±16	1064±20	11,9±1,2%
PDC sans détente	≈920	947±7	1062±18	9,2±1,5%
PDC avec détente	≈920	970±12	1085±18	11,7±2,3%
Donachie ⁵	925(?h)	861	937	17%
Zhang et al. ⁶⁷	880(4h)	928	994	10%
	930(4h)	901	971	19,3%
Abouelmagd et al. ⁶⁸	925(3h)	880	962	10,5%
Kim et al. ⁶⁹	880(4h)	842	912	18%
	930(4h)	812-835	898-901	16-17%

Par rapport au frittage HIP, les valeurs de limite d'élasticité et de résistance maximale enregistrées ici sont plus élevées (respectivement 941 à 970MPa ici contre 812 à 928MPa et 1064 à 1085MPa ici contre 898 à 994MPa). Des allongements à rupture plus faibles sont enregistrés ici par rapport aux résultats rapportés par certains auteurs (9 à 13% ici contre 17 à 19%). Cependant, lors d'un frittage HIP à 880°C, Zhang et al.⁶⁷ enregistrent des valeurs d'allongement à rupture de 9 à 11% et Abouelmagd et al.⁶⁸ enregistrent une valeur de 10,5% pour un frittage à 925°C. Les différences observées sur le comportement en traction entre le frittage SPS et le frittage HIP sont très probablement liées à la vitesse de refroidissement beaucoup plus lente dans le cas du frittage HIP. Ces refroidissements lents assurent une grande ductilité au matériau final au prix d'un adoucissement. De meilleures propriétés en ce qui concerne la résistance mécanique sont donc observées pour les résultats des travaux de la thèse. Des refroidissements lents et contrôlés après frittage SPS devraient permettre d'adapter les valeurs d'allongements à la rupture afin de les approcher de celles enregistrées dans le cas du frittage HIP.

Par rapport à la fonderie, qui présente également des avantages en termes de précisions des cotes finales, la comparaison des résultats des essais de traction avec les éprouvettes obtenues ici est moins rigoureuse car les microstructures ne sont pas du même type. En effet, les microstructures observées sur les éprouvettes issues de la fonderie sont lamellaires. Les propriétés enregistrées ici sont supérieures sauf quand la pièce subit un traitement thermique de mise en solution après la coulée. Dans ce cas, des valeurs de résistances mécaniques plus importantes peuvent être obtenues (jusqu'à 1040MPa en limite d'élasticité et 1125MPa en résistance maximale⁶³) mais les allongements à rupture restent toutefois plus faibles en fonderie (5 à 9%).

Dans les procédés de forgeage, un traitement thermique de revenu ou de mise en solution sont appliqués après mise en forme de la pièce. Les microstructures des échantillons utilisées pour la comparaison sont duplex. Les propriétés de différents auteurs de pièces obtenues après un traitement de revenu sont regroupées dans le Tableau 61 et comparées avec les résultats obtenus dans ces travaux de thèse (les éprouvettes PDC1 et PDC2 sont donc exclues du calcul de la moyenne).

Tableau 61 : Propriétés en traction obtenues dans ces travaux de thèse et issues de la littérature pour une mise en forme par forgeage suivi d'un revenu.

Type d'éprouvette ou Réf.	Limite d'élasticité à 0,2% (MPa)	Résistance maximale (MPa)	Allongement à la rupture
Pavés sans détente	941±12	1067±16	12,8±1,1%
Pavés avec détente	948±16	1064±20	11,9±1,2%
PDC sans détente	947±7	1062±18	9,2±1,5%
PDC avec détente	970±12	1085±18	11,7±2,3%
1,3,5,47,61	825-986	895-1050	10-17%
MIL-T-9047	896	827	10%

Par rapport à un traitement de revenu après mise en forme par forgeage, les limites d'élasticité et les résistances maximales enregistrées ici sont égales ou plus élevées (respectivement 941 à 970MPa ici contre 825 à 986MPa et 1064 à 1085MPa ici contre et 895 à 1050MPa) tandis que les allongements à rupture sont égaux ou plus faibles (10 à 13% ici contre 10 à 17%^{1,5}). De plus, les propriétés en traction enregistrées satisfont les valeurs minimales de la norme MIL-T-9047. Ainsi, les propriétés mécaniques enregistrées dans les travaux de la thèse sont au niveau des propriétés du TA6V forgé puis revenu.

Les propriétés de différents auteurs de pièces obtenues après un traitement de mise en solution, trempe et vieillissement sont regroupées dans le Tableau 62 et comparées avec les résultats obtenus dans ces travaux de thèse (les éprouvettes PDC1 et PDC2 sont donc exclues du calcul de la moyenne).

Tableau 62 : Propriétés en traction obtenues dans ces travaux de thèse et issues de la littérature pour une mise en forme par forgeage suivi d'une mise en solution, trempe et vieillissement.

Type d'éprouvette ou Réf.	Limite d'élasticité à 0,2% (MPa)	Résistance maximale (MPa)	Allongement à la rupture
Pavés sans détente	941±12	1067±16	12,8±1,1%
Pavés avec détente	948±16	1064±20	11,9±1,2%
PDC sans détente	947±7	1062±18	9,2±1,5%
PDC avec détente	970±12	1085±18	11,7±2,3%
1,3,5	923-1014	1117-1186	15-17%
MIL-T-9047 <13mm	1034	1103	10%
MIL-T-9047 13-25mm	965-999	1034-1068	10%

Les limites d'élasticité des pièces ayant subi des traitements de mise en solution suivis d'une trempe et d'un vieillissement sont comprises entre 923 et 1014MPa contre 941 à 970MPa ici. Les résistances maximales sont comprises entre 1117 et 1186MPa contre 1064 à 1085MPa ici. En termes d'allongements à rupture, des valeurs de 15 à 18% sont reportées contre 10 à 13% ici. Ainsi, les valeurs enregistrées dans les travaux de la thèse sont au niveau des valeurs basses des propriétés mécaniques du TA6V forgé puis mis en solution. Cependant, les propriétés mécaniques enregistrées ici satisfont les exigences de la norme MIL-T-9047 pour des pièces de dimensions comprises entre 13 et 25mm sauf en ce qui concerne les limites d'élasticité trop faibles d'environ 17 à 24 MPa ou juste au niveau demandé.

Les essais de traction menés ici révèlent globalement des valeurs de limites d'élasticité et de résistance maximale supérieures par rapport aux procédés près des cotes. Des allongements à rupture plus faibles sont toutefois enregistrés ici par rapport au frittage HIP. Dans le cas des procédés de forgeage, les propriétés mécaniques en traction enregistrées sont au niveau des valeurs basses. Toutefois, des traitements thermiques post-frittage peuvent permettre d'ajuster les propriétés mécaniques des pièces obtenues par SPS.

4. Conclusions

Le frittage d'échantillons modèles révèle qu'il est possible d'obtenir des échantillons denses avec un outillage en graphite à partir d'une température de palier macroscopique de 800°C (750°C avec un outillage en WC-Co) maintenue pendant 3 minutes. Lors de la densification, certains granules subissent des efforts thermomécaniques entraînant une déformation plastique tandis que d'autres subissent des efforts thermomécaniques n'entraînant pas de déformation plastique. La microstructure alors obtenue est composée d'un nuage de grains α équiaxes plus ou moins interconnectés et d'îlots relativement sphériques de zones de lamelles de phase α . Cette microstructure est homogène et peut être obtenue de façon répétable avec P_{fr} . En effet, l'utilisation de P_{ch} rend plus difficile le contrôle de la température dans le corps granulaire.

Grâce à des mesures de températures in-situ, le facteur de température existant entre la température de la matrice et celle du corps granulaire a été évalué à environ 1,15 (avec P_{fr}). Ainsi, pour une température macroscopique de 900°C, T_{β} est dépassée par le corps granulaire et une microstructure de Widmanstätten très homogène est obtenue.

Pour des températures intermédiaires (températures macroscopiques de 800 et 850°C), des microstructures particulières sont observées. Des zones ponctuelles ayant dépassées T_{β} sont ainsi visibles à 850°C avec P_{fr} et dès 800°C avec P_{ch} (la température du corps granulaire est plus élevée avec P_{ch} qu'avec P_{fr}). Elles correspondent à une température du corps granulaire de 975°C. Cela indique que la poudre possède des granules ayant des T_{β} propres à chacun. Un traceur métallurgique est alors à notre disposition.

Une cohérence entre la puissance électrique dissipée et les températures atteintes par le corps granulaire (déterminées approximativement grâce aux observations des microstructures) a été démontrée. Ainsi, la puissance électrique dissipée est un bon critère de répétabilité de microstructure pour plusieurs essais de frittage aux mêmes conditions.

Malgré les températures de mise en forme très importantes et un contact direct avec l'outillage en carbone, des analyses de phases et de composition chimiques ne révèlent aucune présence de phase carburée ou oxydée ni d'enrichissement exagérée en carbone ou en oxygène lors du frittage avec les outillages pastilleuses. Cela ne se vérifie cependant pas lorsque l'outillage PDC est utilisé : en effet, un spray graphite est utilisé en lieu et place du papyex et est la cause probable de cette contamination. Aucun problème de contamination n'est observé dans le cas des pavés arrondi (utilisation de papyex).

Des analyses de texturation permettent de conclure a priori que des propriétés mécaniques isotropes peuvent être obtenues.

Afin d'éprouver le procédé SPS en termes de répétabilité, P_{ch} a été choisi pour un transfert d'échelle pour placer l'étude dans les conditions les plus difficiles. Sur une forme relativement simple (pavé arrondi) présentant un facteur de forme important (4,6), des microstructures très homogènes et répétables sont observées. Elles correspondent à celles observées lors du frittage des échantillons modèles dans le domaine $\alpha+\beta$ (nuage de grains α équiaxes + zones constituées de lamelles de phase α). Les propriétés mécaniques en traction enregistrées sur des éprouvettes usinées à partir des pavés sont très homogènes. Aucun effet d'un traitement thermique de détente n'est observé, indiquant que le niveau de contraintes résiduelles est négligeable dans les éprouvettes.

Sur une forme plus complexe et près des cotes, les microstructures sont plus délicates à contrôler du fait des changements de sections qui engendrent des différences de température lors du frittage. Cependant, la raison principale des différences de microstructures observées a été identifiée (positionnement asymétrique des pistons de part et d'autre de la matrice). En faisant donc attention au positionnement des pistons, une très bonne répétabilité en termes de microstructure est alors observée pour onze échantillons sur treize. En termes de propriétés mécaniques, des résultats homogènes et répétables sont observés pour l'ensemble des éprouvettes. Un effet plus important du traitement thermique de détente par rapport aux éprouvettes usinées dans les pavés est observé (aucun adoucissement mais allongement à rupture plus important). Les contraintes résiduelles induites (à cause d'un refroidissement plus rapide) suite à la mise en forme ne sont donc pas négligeables.

Les limites d'élasticité et de résistance maximale entre les différents types de pièces sont proches mais les allongements à rupture sont légèrement plus élevés pour les éprouvettes usinées dans les pavés. Ces résultats s'expliquent par la vitesse de refroidissement plus lente après le palier de frittage pour les pavés que pour les éprouvettes PDC (environ 50°C/min contre 120°C/min jusqu'à 600°C) et à la température plus importante du corps granulaire dans les éprouvettes PDC (environ 920°C) que dans les pavés (légèrement supérieure à 800°C). L'utilisation d'un outillage autre que le WC-Co pour approcher les températures de frittage est à envisager. De plus, un refroidissement à vitesse contrôlée plus lente est également possible pour les éprouvettes PDC.

L'ensemble des propriétés mécaniques enregistrées ici révèlent globalement des valeurs de limites d'élasticité et de résistance maximale supérieures par rapport aux autres

procédés près des cotes. Des allongements à rupture plus faibles sont toutefois enregistrés sauf par rapport au frittage HIP. Des refroidissements plus lents suite au frittage SPS permettraient d'augmenter les valeurs d'allongement à rupture. Par rapport aux procédés de forgeage, les propriétés mécaniques en traction enregistrées ici sont au niveau des valeurs basses. Toutefois, des traitements thermiques post-frittage permettraient d'ajuster les propriétés mécaniques des pièces obtenues par SPS.

Le frittage SPS permet donc une mise en forme de pièces satisfaisantes en termes de propriétés mécaniques en traction. Toutefois, il est important d'envisager d'autres types de caractérisations mécaniques des pièces produites afin de connaître les limites et potentiels du frittage SPS pour la fabrication de pièces en TA6V. En effet, les dimensionnements sur pièces réellement utilisées sont majoritairement réalisés en fatigue et en fluage. Des traitements thermiques post-frittages seraient également intéressants à réaliser pour caractériser leurs effets sur les propriétés mécaniques.

Conclusions générales et perspectives

Les résultats présentés dans ces travaux de thèse permettent de répondre ou d'apporter des éléments de réponses aux objectifs initiaux fixés :

- Identifier d'éventuels phénomènes spécifiques lors du premier stade du frittage SPS du TA6V
- Proposer un modèle de densification
- Etudier l'influence de paramètres (température, moment d'application de la pression, matériau de l'outillage) sur les microstructures obtenues pour des matériaux de géométrie simples frittées SPS
- Réaliser un transfert d'échelle sur des formes plus ou moins complexes
- Eprouver la répétabilité du procédé SPS sur différentes pièces
- Caractériser et comparer les propriétés mécaniques des différentes pièces obtenues.

L'étude du premier stade du frittage SPS de TA6V ne révèle pas la présence de phénomènes spécifiques (points chauds, fusion locale...). En effet, en modifiant le taux de compaction pour influencer les chemins de circulation du courant électrique, aucune incidence majeure n'a été observée sur la densification, sur la forme des cous, sur la surface des cous formés et sur la microstructure autour des contacts. Il a donc été décidé d'appliquer une pré-compaction de 25MPa visant à homogénéiser au mieux les conditions d'essais pour le reste de la thèse.

Dans le but d'anticiper et de prévoir les cinétiques de densification, un modèle a été établi en collaboration avec Charles Manière. Afin de simuler la densification de TA6V par modélisation par éléments finis, un modèle d'Abouaf a été utilisé. Pour ce faire, les paramètres d'une loi de fluage ont été déterminés à partir d'essais de fluage in-situ dans le SPS sur des pions denses et de taux de porosités contrôlés couplés à des essais de compaction de poudre isothermes. Les simulations qui en découlent sont en bon accord avec des essais de validation indépendants jusqu'à des densifications d'environ 95 à 97%. Dans les conditions d'essais imposées, des températures proches de T_β sont atteintes à ce niveau de densification. Il semble que l'évolution du comportement mécanique de la poudre ne soit pas suffisamment bien prise en compte dans le modèle. Les paramètres de la loi de fluage sur TA6V dense varient en fonction du type de microstructure sur laquelle sont obtenus les paramètres mais également en fonction de la finesse des éléments microstructuraux. De plus, des essais de densification sur poudre à microstructure prétraitee révèlent que les densifications prévues par la simulation sont atteignables. Cependant, les températures de début de frittage ne sont alors plus identiques. La détermination de paramètres de fluage pour les différents types de microstructure du TA6V devrait permettre d'améliorer l'accord du modèle avec les essais expérimentaux.

L'influence des paramètres (température, moment d'application de la pression et matériau de l'outillage) sur le frittage SPS du TA6V a été étudiée. En fonction de ces paramètres différentes microstructures peuvent être obtenues. En dessous de T_β , les microstructures sont composées d'un nuage de grains équiaxes plus ou moins interconnectés et d'îlots relativement sphériques de zones de lamelles revenues. L'obtention de ces microstructures homogènes est répétable avec l'application d'une pression tout le long de l'essai. Cependant, pour des températures très proches de T_β , les microstructures deviennent hétérogènes. Cela est d'autant plus vrai lorsque la pression mécanique n'est appliquée qu'une fois le palier en température atteint. Ainsi, une zone critique de température de frittage existe rendant les microstructures hétérogènes. Dans nos conditions, cette zone de température (température de la surface de l'outillage) se situe aux alentours de 850°C pour l'application d'une pression de 100MPa tout le long de l'essai et entre 800 et 850°C pour l'application d'une pression de 100MPa une fois le palier en température atteint. Les analyses chimiques effectuées ne révèlent aucun enrichissement exagéré en oxygène ni en carbone lors des essais de frittage. Les analyses de texturation permettent de conclure que des propriétés isotropes peuvent être obtenues. La répétabilité du procédé n'est plus à remettre en cause, les observations microstructurales et mesures mécaniques faites, sur une série de 13 éprouvettes directement obtenues par frittage SPS grâce à un outillage près des cotes adapté, présentent une très bonne homogénéité. La comparaison d'éprouvettes obtenues par usinage dans un massif fritté par SPS et d'éprouvettes obtenues grâce aux outillages près des cotes révèle toutefois que les allongements à ruptures sont légèrement plus importants pour les éprouvettes usinées. De plus, les éprouvettes près des cotes sont davantage sujettes aux contraintes résiduelles suite à la mise en forme. Ces deux observations s'expliquent par des vitesses de refroidissements plus importantes dans le cas de l'outillage près des cotes. Des refroidissements plus lents et contrôlés (possibles avec le procédé) permettraient d'ajuster les allongements à rupture enregistrés. Malgré tout, les limites d'élasticité et de résistance maximale qui ont été enregistrées sont supérieures aux autres procédés près des cotes (fonderie, HIP). Des allongements à rupture plus faibles sont toutefois enregistrés par rapport aux éprouvettes obtenues par frittage HIP. Par rapport aux procédés de forgeage, les propriétés mécaniques en traction enregistrées ici sont au niveau des valeurs basses. Toutefois, des traitements thermiques post-frittage permettraient d'ajuster les propriétés mécaniques des pièces obtenues par SPS. Le frittage SPS permet donc une mise en forme de pièces satisfaisantes en termes de propriétés mécaniques en traction.

En perspectives, outre la réalisation des essais supplémentaires pour la modélisation, des essais de frittage d'éprouvettes près des cotes avec refroidissement contrôlé et des

traitements thermiques post-frittage précédemment évoqués, il serait intéressant de caractériser d'autres propriétés mécaniques du TA6V élaboré par frittage SPS. Des essais de fatigue et de fluage par exemple, propriétés qui sont utilisées comme références pour le dimensionnement de pièces en service permettraient de mieux situer le procédé SPS comme voie de mise en forme du TA6V. L'utilisation de poudres obtenues par différentes méthodes serait également une voie intéressante à explorer afin de vérifier les possibilités de diminution de coût par rapport à la poudre PREP et l'impact sur les propriétés mécaniques des pièces finales. Aller vers des géométries de pièces frittées plus complexes afin de pouvoir apporter des solutions aux problèmes de gradients de températures et de cinétiques de densification, permettrait de s'approcher d'une application industrielle dans l'aéronautique par exemple ou le milieu médical.

Bibliographie

1. Boyer, R. R., Welsch, G. & Collings, E. W. *Materials properties Handbook – Titanium Alloys*. (1994).
2. Combres, Y. Métallurgie et recyclage du titane et de ses alliages. *Tech. l'ingénieur* (1997).
3. *ASM Handbook - Properties and selection : nonferrous and special-purpose materials*. **2**, (ASM International, 1995).
4. Kraft, E. H. *Summary of emerging titanium cost reduction technologies*. (2004).
5. Donachie, M. J. *Titanium, a technical guide. Statewide Agricultural Land Use Baseline 2015* (ASM International, 2000). doi:10.1017/CBO9781107415324.004
6. Arnaud, C. *et al.* Dog-bone copper specimens prepared by one-step spark plasma sintering. *J. Mater. Sci.* **50**, 7364–7373 (2015).
7. Eriksson, M., Radwan, M. & Shen, Z. Spark plasma sintering of WC, cemented carbide and functional graded materials. *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* **36**, 31–37 (2013).
8. Kun, W. *et al.* Study on fabrication and mechanism in of porous metals by spark plasma sintering. *J. Mater. Sci.* **42**, 302–306 (2007).
9. Dobedoe, R. S., West, G. D. & Lewis, M. H. Spark plasma sintering of ceramics: understanding temperature distribution enables more realistic comparison with conventional processing. *Adv. Appl. Ceram.* **104**, 110–116 (2005).
10. Munir, Z. a., Anselmi-Tamburini, U. & Ohyanagi, M. The effect of electric field and pressure on the synthesis and consolidation of materials: a review of the spark plasma sintering method. *J. Mater. Sci.* **41**, 763–777 (2006).
11. Omori, M. Sintering, consolidation, reaction and crystal growth by the spark plasma system (SPS). *Mater. Sci. Eng. A* **287**, 183–188 (2000).
12. Grasso, S. *et al.* Low-temperature spark plasma sintering of pure nano WC powder. *J. Am. Ceram. Soc.* **96**, 1702–1705 (2013).
13. Musa, C. *et al.* Energy efficiency during conventional and novel sintering processes: the case of Ti-Al₂O₃-TiC composites. *J. Clean. Prod.* **17**, 877–882 (2009).
14. Burgers, W. G. On the process of transition of the cubic-body-centered modification into the hexagonal-close-packed modification of zirconium. *Physica* **1**, 561–589 (1933).
15. Buirette, C. Etude des mécanismes de propagation de fissures dans l'alliage de titane TA6V soudé par faisceau d'électrons. (Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Toulouse, 2011).
16. Kato, M., Onaka, S. & Fujii, T. Energy consideration for variant selection in precipitation on dislocations. *Sci. Technol. Adv. Mater.* **2**, 375–380 (2001).
17. Vargel, C. Propriétés générales de l'aluminium et de ses alliages. *Tech. l'ingénieur* (2005).
18. Combres, Y. Propriétés du titane et de ses alliages. *Tech. l'ingénieur* (2010).
19. Murry, G. & Généralités, A. Aciers. Généralités. *Tech. l'ingénieur* (2016).
20. Savoie, T. *Guide de conception et de réalisation d'équipements en Titane*. (1996).
21. Molchanova, E. K. Phase diagrams of titanium alloys [translation of Atlas diagram sostoyaniya titanovykh splavov]. *Isr. Progr. Sci. Transl.* (1965).
22. Polmear, I. J. *Light Alloys. Light Alloys* (Elsevier, 2005). doi:10.1016/B978-075066371-7/50010-4
23. Lutjering, G. & Williams, J. . *Titanium*. (Springer, 2007).
24. Gray, G. T., Lutjering, G. & Williams, J. C. The influence of oxygen on the structure, fracture, and fatigue crack propagation behavior of Ti-8.6 wt Pct Al. *Metall. Mater. Trans. A* **21**, 95–105 (1990).
25. J.Y. LIM, McMAHON, C. J., POPE, D. P. & WILLIAM, J. C. The effect of the oxygen on the structure and mechanical behaviour of aged Ti-8Al. *Metall. Trans. A* **7**, 139–144 (1976).
26. ASM. *ASM Handbook vol.3 Alloy Phase Diagrams*. (Materials Park, 1992).

27. Jafee, R. I. & Burte, H. M. *Titanium science and technology*. (Springer, 1973).
28. Tricot, R. Traitements thermomécaniques des alliages de titane pour l'aéronautique. *Matériaux Tech.* **67**, 47–64 (1988).
29. Weissmann, S. & Shrier, A. Strain distribution in oxidized alpha titanium crystals. in *The science, Technology and Application of Titanium* 441–451 (Pergamon Press, 1970).
30. Wahlbeck, G. & Gilles, P. W. Reinvestigation of the phase diagram for the system titanium-oxygen. *J. Am. Ceram. Soc.* **49**, 180–183 (1966).
31. Duwez. The martensitic transformation temperature in titanium binary alloy. *Trans. Am. Soc. Met.* **45**, 934 (1953).
32. Broihanne, G. Fonderie et moulage du titane et des alliages de titane. *Tech. l'ingénieur* (1995).
33. Kahveci, A. I. & Welsch, G. E. Effect of oxygen on the hardness and alpha/beta phase ratio of Ti-6Al-4V alloy. *Scr. Metall.* **20**, 1287–1290 (1986).
34. Rosenberg, H. W. Titanium alloying in theory and practice. in *The Science, Technology and Application of Titanium* 851–859 (Pergamon Press, 1970).
35. Lutjering, G., Williams, J. C. & Gysler, A. in *Microstructure and Properties of Materials* (ed. Li, J. C. M.) 77 (World Scientific, 1998).
36. Lenning, G. A., Craighead, C. M. & Jaffee, R. I. Constitution and mechanical properties of Titanium-hydrogen alloys. *Trans. Am. Inst. Mining, Metall. Pet. Eng.* **200**, 367–376 (1954).
37. Huez, J., Feaugas, X., Helbert, A. L., Guillot, I. & Clavel, M. Damage process in commercially pure α -Titanium alloy without (Ti40) and with (Ti40-H) hydrides. *Metall. Mater. Trans. A* **29**, 1615–1628 (1998).
38. Paton, N. E., Hickman, B. S. & Leslie, D. H. Behavior of hydrogen in α -Phase Ti-Al alloys. *Metall. Trans.* **2**, 2791–2796 (1971).
39. Penelle, R. Influence of microstructure on mechanical properties and plasticity of titanium and titanium alloys. in *Proceedings of the sixth world conference on titanium* 1457–1465 (1988).
40. Huiqiang, W., Jicai, F. & Jingshan, H. Microstructure evolution and fracture behaviour for electron beam welding of Ti-6Al-4V. *Bull. Mater. Sci.* **27**, 387–392 (2004).
41. Castro, R. & Seraphin, L. Contribution à l'étude métallographique et structurale de l'alliage de titane TA6V. *Mémoires Sci. la Rev. métallurgie* **63**, 1036 (1966).
42. Malinov, S., Markovsky, P., Sha, W. & Guo, Z. Resistivity study and computer modelling of the isothermal transformation kinetics of Ti-6Al-4V and Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-0.08Si alloys. *J. Alloys Compd.* **314**, 181–192 (2001).
43. Ivasishin, O. M., Shevchenko, S. V. & Semiatin, S. L. Effect of crystallographic texture on the isothermal beta grain-growth kinetics of Ti-6Al-4V. *Mater. Sci. Eng. A* **332**, 343–350 (2002).
44. Semiatin, S. L., Fagin, P. N., Glavicic, M. G., Sukonnik, I. M. & Ivasishin, O. M. Influence on texture on beta grain growth during continuous annealing of Ti-6Al-4V. *Mater. Sci. Eng. A* **299**, 225–234 (2001).
45. Thomas, G. & Nutting, J. *The mechanisms of phase Transformations in Metals*. (1956).
46. Combres, Y. Traitements thermiques des alliages de titane. *Tech. l'ingénieur* (2013).
47. Gil, F. J., Manero, J. M., Ginebra, M. P. & Planell, J. A. The effect of cooling rate on the cyclic deformation of β -annealed Ti-6Al-4V. *Mater. Sci. Eng. A* **349**, 150–155 (2003).
48. Lütjering, G. Influence of processing on microstructure and mechanical properties of (α + β) titanium alloys. *Mater. Sci. Eng. A* **243**, 32–45 (1998).
49. Sieniawski, J., Ziaja, W., Kubiak, K. & Motyka, M. in *Titanium Alloys - Advances in Properties Control* (eds. Ziaja, W. & Sieniawski, J.) (2013).
50. Sauer, C. & Lütjering, G. Influence of α layers at β grain boundaries on mechanical properties of Ti-alloys. *Mater. Sci. Eng. A* **321**, 393–397 (2001).
51. Weiss, I., Froes, F. H., Eylon, D. & Welsch, G. E. Modification of alpha morphology in Ti-6Al-4V by thermomechanical processing. *Metall. Trans. A* **17**, 1935–1947 (1986).

52. Come-Dingremont, N. Déformation à chaud et évolutions microstructurales des alliages de titane TA6V et β -CEZ dans le domaine β .. (Institut National Polytechnique de Lorraine, 1991).
53. Tanner, L. E. *Time-Temperature-Transformation diagrams of the titanium sheetrolling-program alloys*. (1959).
54. Huez, J., Buirette, C., Andrieu, E., Perusin, Si. & Audion, S. Characterization of the mechanical behaviour of both fusion zone and base metal of electron beam welded TA6V titanium alloy. *Mater. Sci. Forum* **654–656**, 890–893 (2010).
55. Williams, J. C. & Starke, E. A. *The role of thermomechanical processing in tailoring the properties of aluminum and titanium alloys, in deformation, processing, and structure*. (1984).
56. Ivasishin, O. M. & Teliovich, R. V. Potential of rapid heat treatment of titanium alloys and steels. *Mater. Sci. Eng. A* **263**, 142–154 (1999).
57. Sherman, R. G. & Kessler, H. D. Investigation of the heat treatability of the 6% aluminum - 4% vanadium titanium based alloy. *Trans. Am. Soc. Met.* **48**, 657–676 (1956).
58. Hall, I. W. & Hammond, C. Titanium and titanium alloys : scientific and technological aspects. in *Proceeding of the third international conference on titanium* (eds. Williams, J. C. & Belov, A. F.) 601–613 (Plenum Press, 1976).
59. Lecomte, J. S. Etude de la plasticité de l'alliage TA6V. (2000). at <http://docnum.univ-lorraine.fr/public/UPV-M/Theses/2000/Lecomte.Jean_Sebastien.SMZ0025.pdf>
60. Zhou, W. & Chew, K. G. The rate dependent response of a titanium alloy subjected to quasi-static loading in ambient environment. *J. Mater. Sci.* **37**, 5159–5165 (2002).
61. Veiga, C. & Davim, J. P. Properties and applications of titanium alloys : a brief review. *Rev. Adv. Mater. Sci.* **32**, 133–148 (2012).
62. Jovanović, M. T., Tadić, S., Zec, S., Mišković, Z. & Bobić, I. The effect of annealing temperatures and cooling rates on microstructure and mechanical properties of investment cast Ti-6Al-4V alloy. *Mater. Des.* **27**, 192–199 (2006).
63. Mutombo, K., Rossouw, P. & Govender, G. Mechanical properties of mill-annealed Ti-6Al-4V investment cast. *Mater. Sci. Forum* **690**, 69–72 (2011).
64. Chronister, D. J., Scott, S. W., Stickle, D. R., Eylon, D. & Froes, F. H. Induction skull melting of titanium and other reactive alloys. *J. Met.* **38**, 51–54 (1986).
65. Zhang, S. & Pan, F. Hydrogen treatment of cast Ti-6Al-4V alloy. *Chinese J. Metall. Sci. Technol.* **6**, 187–192 (1990).
66. Eylon, D., Froes, F. H. & Gardiner, R. W. Developments in titanium alloy casting technology. *JOM J. Miner. Met. Mater. Soc.* **35**, 35–47 (1983).
67. Zhang, K., Mei, J., Wain, N. & Wu, X. Effect of hot-isostatic-pressing parameters on the microstructure and properties of powder Ti-6Al-4V hot-isostatically-pressed samples. *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* **41**, 1033–1045 (2010).
68. Abouelmagd, G., Buchkremer, H. P., El-Magd, E. & Stover, D. Mechanical properties of a Ti-6Al-4V alloy processed by powder metallurgy. *J. Mater. Process. Technol.* **37**, 583–597 (1993).
69. Kim, Y., Kim, E.-P., Song, Y.-B., Lee, S. H. & Kwon, Y.-S. Microstructure and mechanical properties of hot isostatically pressed Ti-6Al-4V alloy. *J. Alloys Compd.* **603**, 207–212 (2014).
70. Molinari, A. & Zadra, M. Influence of the sintering temperature on microstructure and tensile properties of Ti-6Al-4V produced by spark plasma Sintering. in *Euro PM2009 - PM Lightweight & Porous materials I* 4–9 (2009).
71. Junior, N. V. Spark plasma sintering of titanium and cobalt alloys for biomedical application. (Thèse de doctorat, University of Trento - Italy, 2012).
72. Lu, J. F., Zhang, Z. H., Liu, Z. F. & Wang, F. C. Sintering mechanism of Ti-6Al-4V prepared by SPS. *Appl. Mech. Mater.* **782**, 97–101 (2015).
73. Bernache-assollant, D. & Bonnet, J.-P. Frittage : aspects physico-chimiques Partie 1 :

- frittage en phase solide. *Tech. l'ingénieur* (2005).
74. Bloxam, A. G. GB Patent 27002. (1906).
 75. Bloxam, A. G. GB Patent 9020. (1906).
 76. Inoue, K. US Patent 3241956. (1966).
 77. Inoue, K. US Patent 3250892. (1966).
 78. Wada, M. & Yamashita, F. New method of making Nd-Fe-Co-B full dense magnet. in *Intermag Conf.* **26**, 2601 (1990).
 79. Yoo, S. H., Sethuram, K. M. & Sudarshan, T. S. US Patent 5989487. (1999).
 80. Olevsky, E. A., Kandukuri, S. & Froyen, L. Consolidation enhancement in spark-plasma sintering: Impact of high heating rates. *J. Appl. Phys.* **102**, 0–12 (2007).
 81. Olevsky, E. A. & Froyen, L. Impact of thermal diffusion on densification during SPS. *J. Am. Ceram. Soc.* **92**, 122–132 (2009).
 82. Yanagisawa, O., Kuramoto, H., Matsugi, K. & Komatsu, M. Observation of particle behavior in copper powder compact during pulsed electric discharge. *Mater. Sci. Eng. A* **350**, 184–189 (2003).
 83. Marder, R., Estournès, C., Chevallier, G. & Chaim, R. Plasma in spark plasma sintering of ceramic particle compacts. *Scr. Mater.* **82**, 57–60 (2014).
 84. Song, X., Liu, X. & Zhang, J. Neck formation and self-adjusting mechanism of neck growth of conducting powders in spark plasma sintering. *J. Am. Ceram. Soc.* **89**, 494–500 (2006).
 85. Tokita, M. Mechanism of spark plasma sintering. *Proc. Int. Symp. Microwave, Plasma Thermochem. Process. Adv. Mater.* 67–76 (1997).
 86. Lahmani, M., Bréchnac, C. & Houdy, P. *Les nanosciences 2. Nanomatériaux et nanochimie*. (Belin, 2006).
 87. Olevsky, E. A. & Froyen, L. Constitutive modeling of spark plasma sintering of conductive materials. *Scr. Mater.* **55**, 1175–1178 (2006).
 88. Bertolino, N., Garay, J., Anselmi-Tamburini, U. & Munir, Z. A. Electromigration effects in Al-Au multilayers. *Scr. Mater.* **44**, 737–742 (2001).
 89. Friedman, J. R., Garay, J. E., Anselmi-Tamburini, U. & Munir, Z. A. Modified interfacial reactions in Ag-Zn multilayers under the influence of high DC currents. *Intermetallics* **12**, 589–597 (2004).
 90. Trzaska, Z. & Monchoux, J. Electromigration experiments by spark plasma sintering in the silver-zinc system. *J. Alloys Compd.* **635**, 142–149 (2015).
 91. Frei, J. M., Anselmi-Tamburini, U. & Munir, Z. A. Current effects on neck growth in the sintering of copper spheres to copper plates by the pulsed electric current method. *J. Appl. Phys.* **101**, (2007).
 92. Santanach, J. G. *et al.* Spark plasma sintering of alumina: study of parameters, formal sintering analysis and hypotheses on the mechanism(s) involved in densification and grain growth. *Acta Mater.* **59**, 1400–1408 (2011).
 93. Brouillet, F. *et al.* Biomimetic apatite-based composite materials obtained by spark plasma sintering (SPS): physicochemical and mechanical characterizations. *J. Mater. Sci. Mater. Med.* **26**, 223 (2015).
 94. Hulbert, D. M. *et al.* The absence of plasma in “spark plasma sintering.” *J. Appl. Phys.* **104**, (2008).
 95. Hulbert, D. M., Anders, A., Andersson, J., Lavernia, E. J. & Mukherjee, A. K. A discussion on the absence of plasma in spark plasma sintering. *Scr. Mater.* **60**, 835–838 (2009).
 96. Bernard-Granger, G. *et al.* Spark plasma sintering of a commercially available granulated zirconia powder: comparison with hot-pressing. *Acta Mater.* **58**, 3390–3399 (2010).
 97. Conrad, H. Electroplasticity in metals and ceramics. *Mater. Sci. Eng. A* **287**, 276–287 (2000).
 98. Conrad, H. Effects of electric current on solid state phase transformations in metals.

- Mater. Sci. Eng. A* **287**, 227–237 (2000).
99. Conrad, H. Thermally activated plastic flow of metals and ceramics with an electric field or current. *Mater. Sci. Eng. A* **322**, 100–107 (2002).
 100. Zavaliangos, A., Zhang, J., Krammer, M. & Groza, J. R. Temperature evolution during field activated sintering. *Mater. Sci. Eng. A* **379**, 218–228 (2004).
 101. Vanmeensel, K., Laptev, A., Hennicke, J., Vleugels, J. & Vanderbiest, O. Modelling of the temperature distribution during field assisted sintering. *Acta Mater.* **53**, 4379–4388 (2005).
 102. Eriksson, M., Shen, Z. & Nygren, M. Fast densification and deformation of titanium powder. *Powder Metall.* **48**, 231–236 (2005).
 103. Shon, J. H. *et al.* Effects of various sintering methods on microstructure and mechanical properties of CP-Ti powder consolidations. *Trans. Nonferrous Met. Soc. China (English Ed.)* **24**, 59–67 (2014).
 104. Zadra, M. *et al.* Microstructure and mechanical properties of cp-titanium produced by spark plasma sintering. *Powder Metall.* **51**, 59–65 (2008).
 105. Gil, F. J., Aparicio, C. & Planell, J. A. Effect of oxygen content on grain growth kinetics of titanium. *J. Mater.* **10**, 10–13 (2003).
 106. Chaudhari, R. & Bauri, R. Microstructure and mechanical properties of titanium processed by spark plasma sintering. *Metallogr. Microstruct. Anal.* **3**, 30–35 (2014).
 107. Matsugi, K., Kuramoto, H., Hatayama, T. & Yanagisawa, O. Temperature distribution at steady state under constant current discharge in spark sintering process of Ti and Al₂O₃ powders. *J. Mater. Process. Technol.* **134**, 0–7 (2003).
 108. Weston, N. S., Derguti, F., Tudball, A. & Jackson, M. Spark plasma sintering of commercial and development titanium alloy powders. *J. Mater. Sci.* **50**, 4860–4878 (2015).
 109. Crosby, K. *et al.* Enhancement in Ti–6Al–4V sintering via nanostructured powder and spark plasma sintering. *Powder Metall.* **57**, 147–154 (2014).
 110. Miller, S. A. & Roberts, P. R. in *ASM Handbook, Vol 7: Powder Metal Technologies and Application* **7**, 97–101 (1998).
 111. Millet, Y. Fabrication de poudres métalliques par la méthode PREP. *Tech. l'ingénieur IN221*, (2015).
 112. Facchini, L. *et al.* Ductility of a Ti-6Al-4V alloy produced by selective laser melting of prealloyed powders. *Rapid Prototyp. J.* **16**, 450–459 (2010).
 113. Malinov, S., Sha, W., Guo, Z., Tang, C. . & Long, a. . Synchrotron X-ray diffraction study of the phase transformations in titanium alloys. *Mater. Charact.* **48**, 279–295 (2002).
 114. Imam, M. A. & Gilmore, C. M. Fatigue and microstructural properties of quenched Ti-6Al-4V. *Metall. Trans. A* **14**, 233–240 (1983).
 115. Tamirisakandala, S. Method of modifying thermal and electrical properties of multi component titanium alloys. **8** (2012).
 116. Boivineau, M. *et al.* Thermophysical properties of solid and liquid Ti-6Al-4V (TA6V) alloy. *Int. J. Thermophys.* **27**, 507–529 (2006).
 117. Aubert&Duval. TA6V. at
<http://www.aubertduval.fr/uploads/tx_obladgestionproduit/TA6V_FR.pdf>
 118. Macherauch, E., Wohlfahrt, H. & Wolfstieg, U. Zur zweckmäßigen definition von eigenspannungen. *Härtereitech. Mittlungen* **28**, 201–211 (1973).
 119. M.G., M. & W.P., E. Mathematical correction for stress in removed layers in X- ray diffraction residual stress analysis. in *SAE Transactions* **66**, (1958).
 120. Macherauch, E. Die Eigenspannungsbestimmung mit Röntgenstrahlen. in *International kolloquium der hochschule für elektrotechnik* 359 (1958).
 121. Macherauch, E. & Müller, P. Das $\sin^2\psi$ – Verfahren der röntgenographischen Spannungsmessung. *Zeitschrift für Angew. Phys.* **13**, 305 (1959).
 122. General Electric, Phoenix datos| x Advanced CT software for fully automated data

- acquisition, reconstruction and volume processing www.ge-mcs.com/phoenix.
123. J. Vicente, site web : iMorph.fr ; version 2.9-juin 2015.
 124. Fantozzi, G., Le Gallet, S. & Nièpce, J.-C. *Sciences et technologies céramiques*. (EDP Sciences, 2011).
 125. Diouf, S., Fedrizzi, A. & Molinari, A. A fractographic and microstructural analysis of the neck regions of coarse copper particles consolidated by spark plasma sintering. *Mater. Lett.* **111**, 17–19 (2013).
 126. Aman, Y., Garnier, V. & Djurado, E. Pressure-less spark plasma sintering effect on non-conventional necking process during the initial stage of sintering of copper and alumina. *J. Mater. Sci.* **47**, 5766–5773 (2012).
 127. Anselmi-Tamburini, U., Gennari, S., Garay, J. E. & Munir, Z. a. Fundamental investigations on the spark plasma sintering/synthesis process II. Modeling of current and temperature distributions. *Mater. Sci. Eng. A* **394**, 139–148 (2005).
 128. Liniger, E. & Raj, R. Packing and sintering of two-dimensional structures made from bimodal particle size distributions. *J. Am. Ceram. Soc.* **70**, 843–849 (1987).
 129. Pierre, A. C. *Introduction aux procédés sol-gel*. (Forceram, 1992).
 130. Misawa, T. *et al.* Observation of internal pulsed current flow through the ZnO specimen in the spark plasma sintering method. *J. Mater. Sci.* **44**, 1641–1651 (2009).
 131. Vicente, J., Topin, F. & Daurelle, J.-V. Open celled material structural properties measurement: from morphology to transport properties. *Mater. Trans.* **47**, 2195–2202 (2006).
 132. Brun, E. De l'imagerie 3D des structures à l'étude des mécanismes de transport dans en milieux cellulaires. (Université Aix-Marseille I, 2009).
 133. Mollicone, J. Fonctionnalisation de supports de SiC par imprégnation de sols et/ou de suspensions en vue d'améliorer les rendements de conversion d'échangeurs solaires. (Université Toulouse 3 Paul Sabatier, 2015).
 134. Trzaska, Z., Couret, A. & Monchoux, J. P. Spark plasma sintering mechanisms at the necks between TiAl powder particles. *Acta Mater.* **118**, 100–108 (2016).
 135. Manière, C. Spark Plasma Sintering : couplage entre les approches Modélisation, Instrumentation et Matériaux. (Université Toulouse 3 Paul Sabatier, 2015).
 136. Manière, C. *et al.* Identification of the norton-green compaction model for the prediction of the ti-6al-4v densification during the spark plasma sintering process. *Adv. Eng. Mater.* (2016). doi:10.1002/adem.201600348
 137. Green, R. J. A plasticity theory for porous solids. *Int. J. Mech. Sci.* **14**, 215–224 (1972).
 138. Olevsky, E. A. *et al.* Fundamental aspects of spark plasma sintering: II. Finite element analysis of scalability. *J. Am. Ceram. Soc.* **95**, 2414–2422 (2012).
 139. Verma, R. K., Mahesh, N. S. & Anwar, M. I. Numerical analysis of powder compaction to obtain high relative density in “601AB” aluminum powder. *SAS Technol.* **11**, 79–84 (2012).
 140. Abouaf, M., Chenot, J. L., Raïsson, G. & Bauduin, P. Finite element simulation of hot isostatic pressing of metal powders. *Int. J. Numer. Methods Eng.* **25**, 191–212 (1988).
 141. Abouaf, M. Modélisation de la compaction de poudres métalliques frittées. Approche par la mécanique des milieux continus. (Institut national polytechnique de Grenoble, 1985).
 142. Surand, M. Etude du comportement viscoplastique en traction et en fluage de l'alliage de titane TA6V de 20°C à 600°C. (Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Toulouse, 2013).
 143. Xue, Y., Lang, L. H., Bu, G. L. & Li, L. Densification modeling of titanium alloy powder during hot isostatic pressing. *Sci. Sinter.* **43**, 247–260 (2011).
 144. Rahaman, M. N. *Sintering of ceramics*. (CRC Press, 2008).
 145. Saint-Antonin, F. Essais de fluage. *Tech. l'Ingenieur* **M**, 1–14 (1995).
 146. Sugahara, T. *et al.* The effect of Widmanstätten and equiaxed microstructures of Ti-6Al-4V on the oxidation rate and creep behavior. *Mater. Sci. Forum* **636–637**, 657–662

- (2010).
147. Malinov, S., Guo, Z., Sha, W. & Wilson, A. Differential scanning calorimetry study and computer modeling of $\beta \Rightarrow \alpha$ phase transformation in a Ti-6Al-4V alloy. *Metall. Mater. Trans. A* **32**, 879–887 (2001).
 148. Grasso, S., Sakka, Y. & Maizza, G. Pressure Effects on Temperature Distribution during Spark Plasma Sintering with Graphite Sample. *Mater. Trans.* **50**, 2111–2114 (2009).
 149. Grasso, S., Sakka, Y., Maizza, G. & Hu, C. Pressure effect on the homogeneity of spark plasma-sintered tungsten carbide powder. *J. Am. Ceram. Soc.* **92**, 2418–2421 (2009).
 150. Mur, F. X. G., Rodr, D. & Planell, J. A. Influence of tempering temperature and time on the α' -Ti-6Al-4V martensite. *J. Alloys Compd.* **234**, 287–289 (1996).
 151. Tumanov, V. ., Funke, V. ., Baskin, M. . & Novika, T. . Effect of temperature on the physical properties of tungsten carbides-cobalt alloys. 113–120 (1964).
 152. MERSEN. Graphite materials for sintering.
 153. Yovanovich, M. M. Four decades of research on thermal contact, gap, and joint resistance in microelectronics. *IEEE Trans. Components Packag. Technol.* **28**, 182–206 (2005).
 154. Pavia, A. Études fondamentales pour la compréhension des mécanismes de densification des matériaux par la technologie Spark Plasma Sintering. (Université Toulouse III Paul Sabatier, 2012).
 155. Sridhar, B. R., Nafde, W. G. & Padmanabhan, K. A. Effect of shot peening on the residual stress distribution in two commercial titanium alloys. *J. Mater. Sci.* **27**, 5783–5788 (1992).
 156. Prevéy, P. S. & Cammett, J. T. The effect of shot peening coverage on residual stress, cold work and fatigue in a Ni-Cr-Mo low alloy steel. *8th Int. Conf. Shot Peen.* 1–7 (2002).
 157. Joshi, V. A. *Titanium alloys : an atlas of structures and fracture features*. (Taylor & Francis, 2006).
 158. Helbert, A. L. & Feaugas, X. the Influence of Internal Stresses on Plastic Instabilities in A/B Titanium Alloys. *Scr. Mater.* **36**, 1067–1073 (1997).

Etude de la contribution de la technique Spark Plasma Sintering à l'optimisation des propriétés mécaniques de l'alliage de titane TA6V

Mots-clefs : Frittage SPS, Ti-6Al-4V, Titane, Propriétés mécaniques, Transfert d'échelle, Près-des-cotes

Les coûts de revient des alliages de titane limitent leurs applications à des domaines de forte valeur ajoutée. La diminution des coûts de mise en forme des pièces tout en maîtrisant les microstructures et les propriétés mécaniques est donc un enjeu important. Les procédés de mise en forme issus de la métallurgie des poudres comme le Spark Plasma Sintering (SPS) peuvent permettre d'atteindre ces objectifs.

Les premiers instants du frittage ont été étudiés selon la compacité initiale du corps granulaire. Lorsque cette dernière est faible, les surfaces des cous entre les granules, mises en évidence par microtomographie, sont plus importantes. Ces observations peuvent être expliquées par le fait que les densités de courant au niveau des points de contacts sont plus importantes quand les surfaces de contacts sont plus faibles. De plus, les densités finales très proches malgré les compacités initiales différentes laissent penser que les mécanismes de frittage en action sont différents.

Une modélisation Electro-Thermique et Mécanique par éléments finis a permis de décrire de façon très réaliste la densification du TA6V. La loi de densification du matériau a été paramétrée par le biais de campagnes d'essais en fluage menés dans le SPS ainsi que d'essais de compaction du corps granulaire. Des voies d'amélioration du modèle ont également été proposées.

Dans la dernière partie de l'ouvrage, un panel des microstructures obtenues par frittage SPS du TA6V ainsi qu'un transfert d'échelle des échantillons modèles cylindriques de petites tailles vers des formes plus complexes et massives ont été étudiés. De plus, les propriétés mécaniques en traction sur pièces près des cotes ont été caractérisées. Les domaines (température et pressions) d'obtention de microstructures denses, homogènes et répétables ont été identifiés. Le transfert d'échelle révèle que la répétabilité du SPS est validée tant en termes de microstructures que de propriétés mécaniques des pièces densifiées. De plus, les propriétés en traction sont au niveau des matériaux forgés, notamment avec des allongements à rupture de près de 13%.

Investigation of the contribution of the Spark Plasma Sintering technique to the mechanical properties optimisation of the TA6V titanium alloy

Keywords : SPS, Ti-6Al-4V, Titanium, Mechanical Properties, Scale-up, Near-Net-Shape

The cost prices of the titanium alloys limit their applications to strong added value fields. The decrease of the pieces shaping costs while mastering microstructures and mechanical properties is an important issue. Shaping processes from powder metallurgy as Spark Plasma Sintering (SPS) can allow to reach these goals.

The first moments of the sintering were studied according to the initial compactness of the granular body. When the latter is low, the area of necks between granules, highlighted by microtomography, are bigger. These observations can be explained by the fact that current densities at contact points are higher when the contact areas are lower. Furthermore, the very close final densities in spite of the different initial compactness let think that the mechanisms in action during sintering are different.

An electro-thermal and mechanical modelling by finished element allowed to describe in a very realistic way the densification of the TA6V. The densification law of the material was configured by means of creep tests programmes performed in the SPS chamber as well as of compaction tests of the granular body. Ways of improvement of the model were also proposed.

In the last part of the work, a panel of microstructures obtained by SPS of TA6V as well as a scale transfer from the small cylindrical samples towards more massive and complex shapes was studied. Furthermore, the tensile properties of near-net-shape specimens were characterised. Domains (temperature and pressure) of dense, homogeneous and repeatable microstructures obtaining were identified. The scale transfer reveals that the SPS repeatability is both validated in terms of microstructures and mechanical properties of the densified specimens. Furthermore, tensile properties are at the same level as the forged materials, in particular an elongation at break of about 13%.